

Année 1967

N° d'Ordre : 4191

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

pour obtenir

LE GRADE de DOCTEUR-ès-SCIENCES PHYSIQUES

par

Jean-Maurice VERGNAUD

Licencié-ès-Sciences Physiques

Diplômé d'Etudes Supérieures ès-Sciences Physiques

Docteur-Ingénieur E.S.C.I.L.

Première Thèse

CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Etude critique de certaines phases stationnaires

Etude de la propagation du gaz vecteur
et Conséquences

TOME II

(figures)

Soutenues le 13 Janvier 1967 devant la Commission d'examen :

M. M. PRETTRE : Président

MM. P. CHOVIN

R. DEGAIN

J. E. GERMAIN

J. C. MERLIN : Membres du Jury.

CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Etude critique de certaines phases stationnaires
Etude de la propagation du gaz vecteur
et Conséquences

TOME II

(figures)

Description du four pour la chromatographie
à haute température

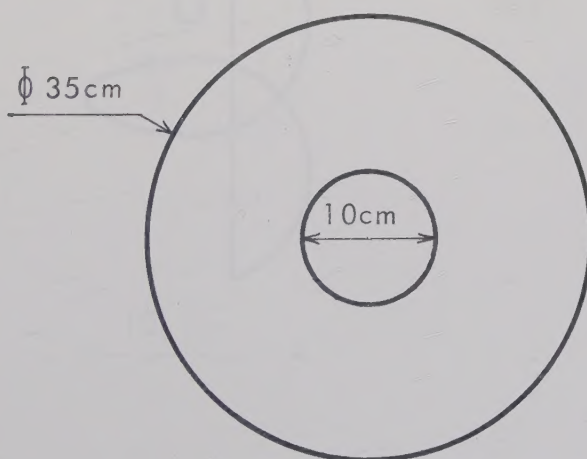
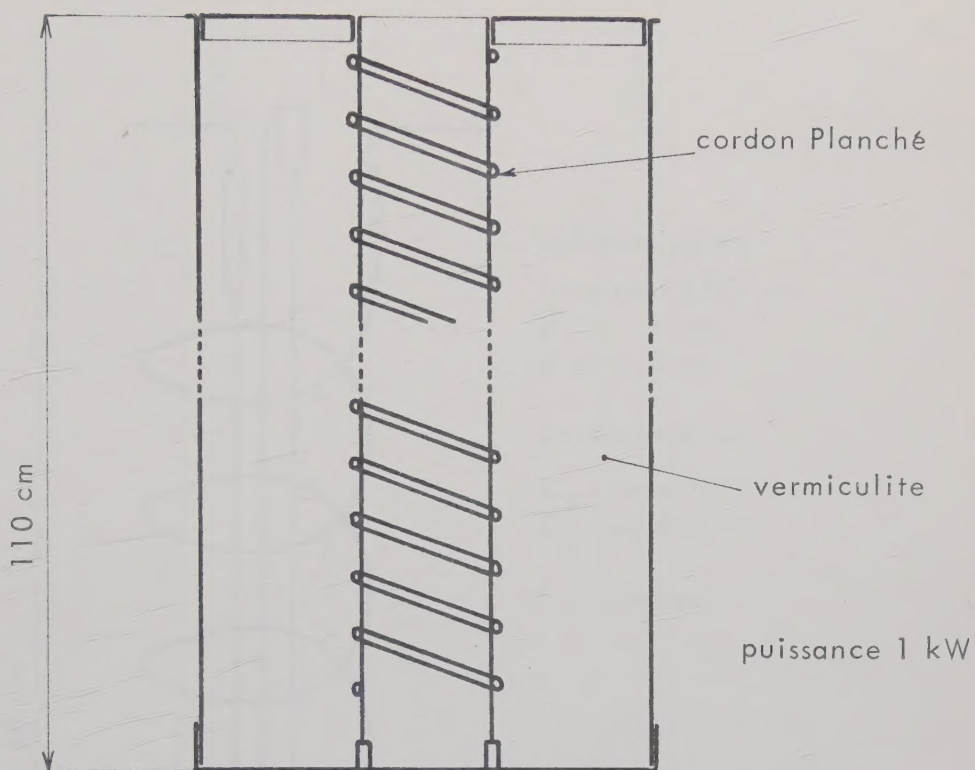


Figure 1

Description de la colonne en chromatographie classique

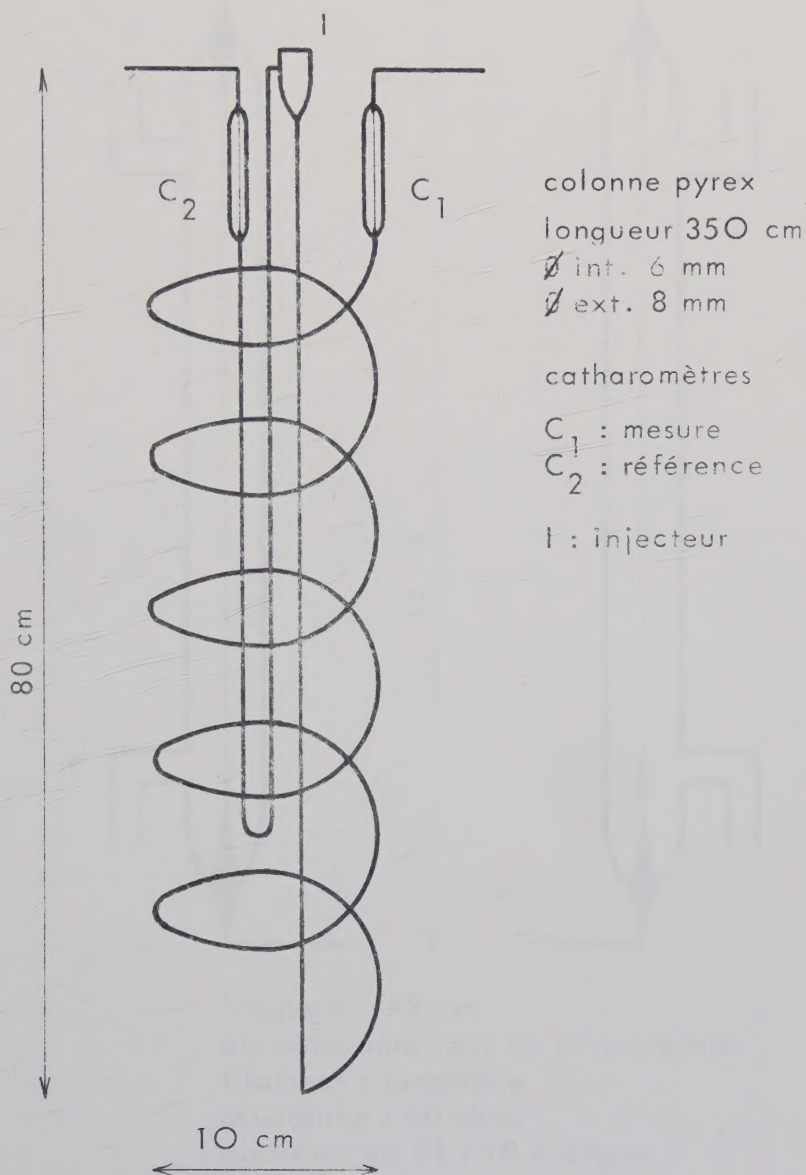
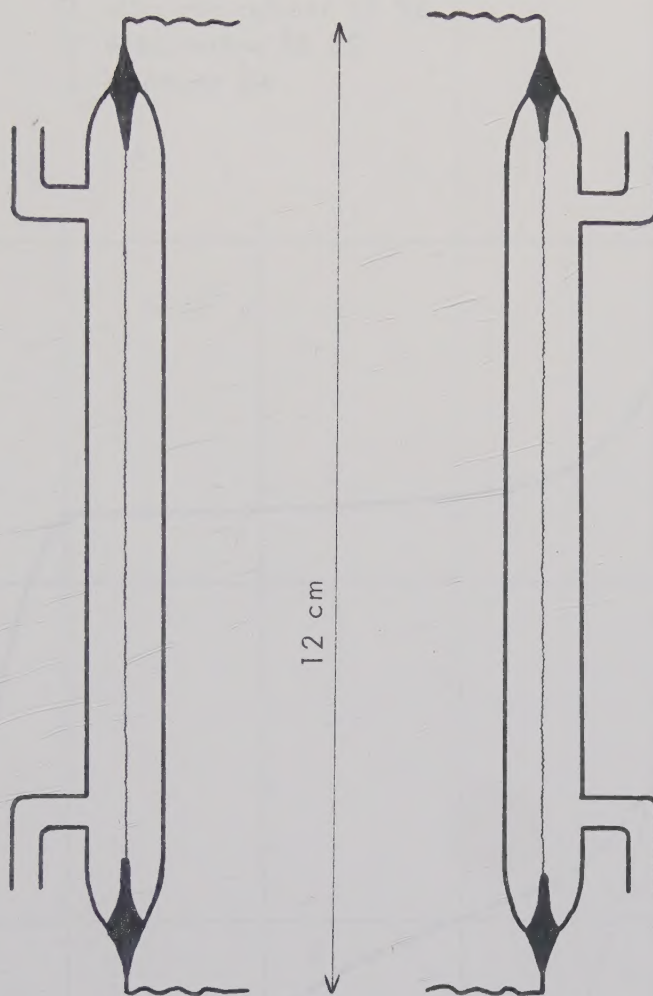


Figure 2

Description des détecteurs: catharomètres



longueur : 12 cm
diamètre intérieur du tube : 4 mm
filament : tungstène
résistance : 60 ohms
diamètre du fil : 10 microns

Figure 3



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41552609_0009

Thermogrammes des phases stationnaires

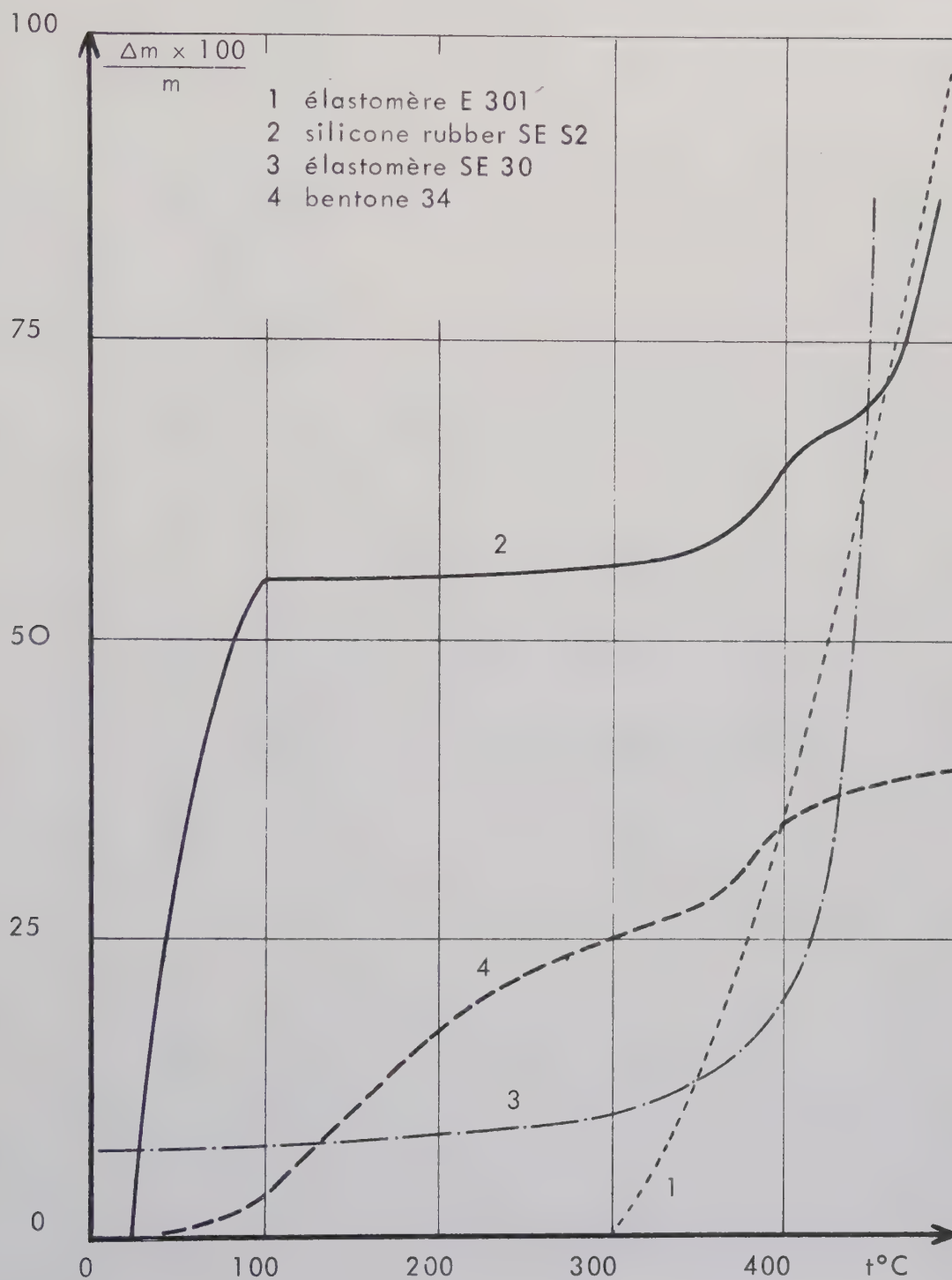


Figure 4

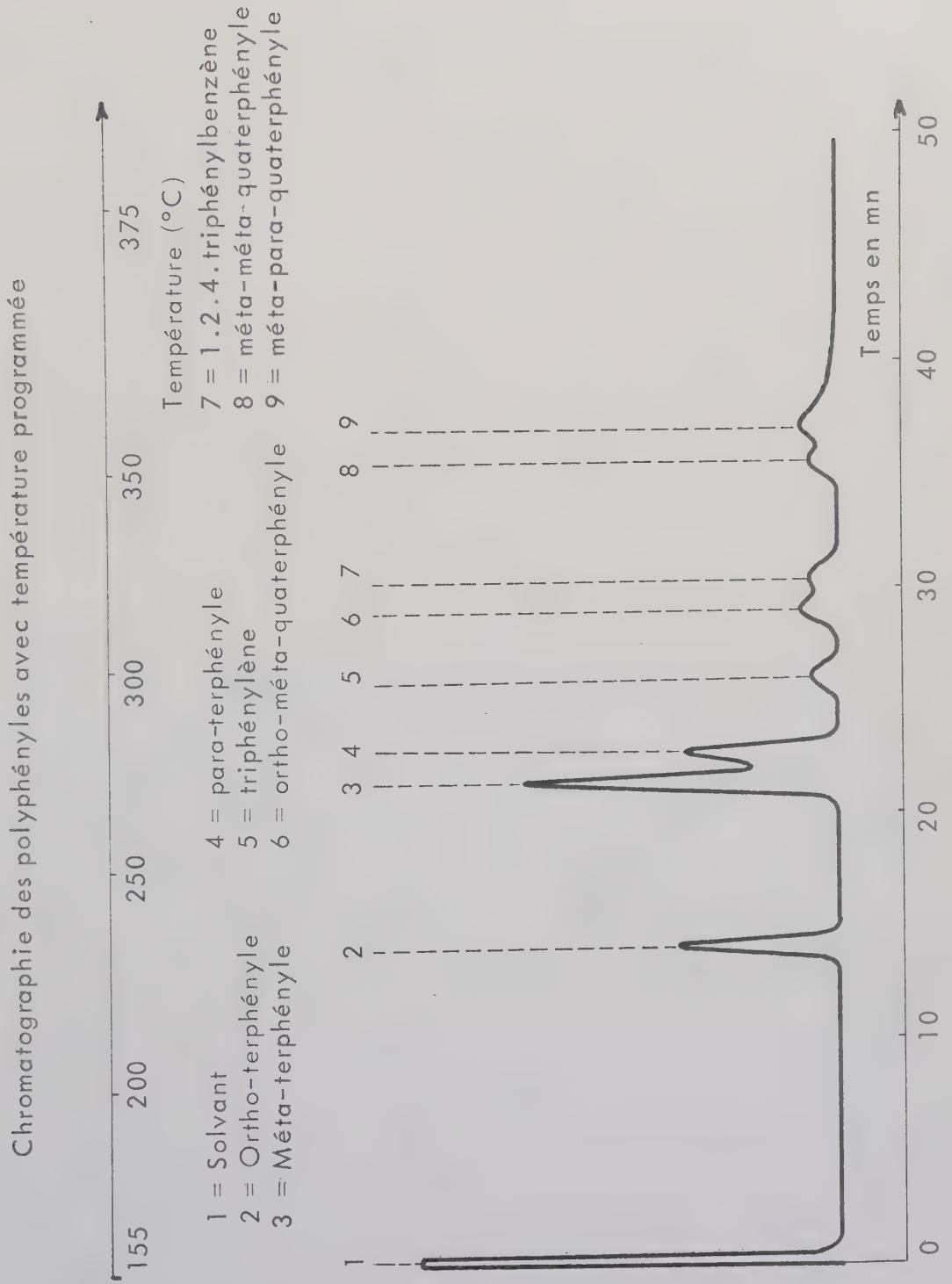


Figure 5

Formule développée des polyphényles

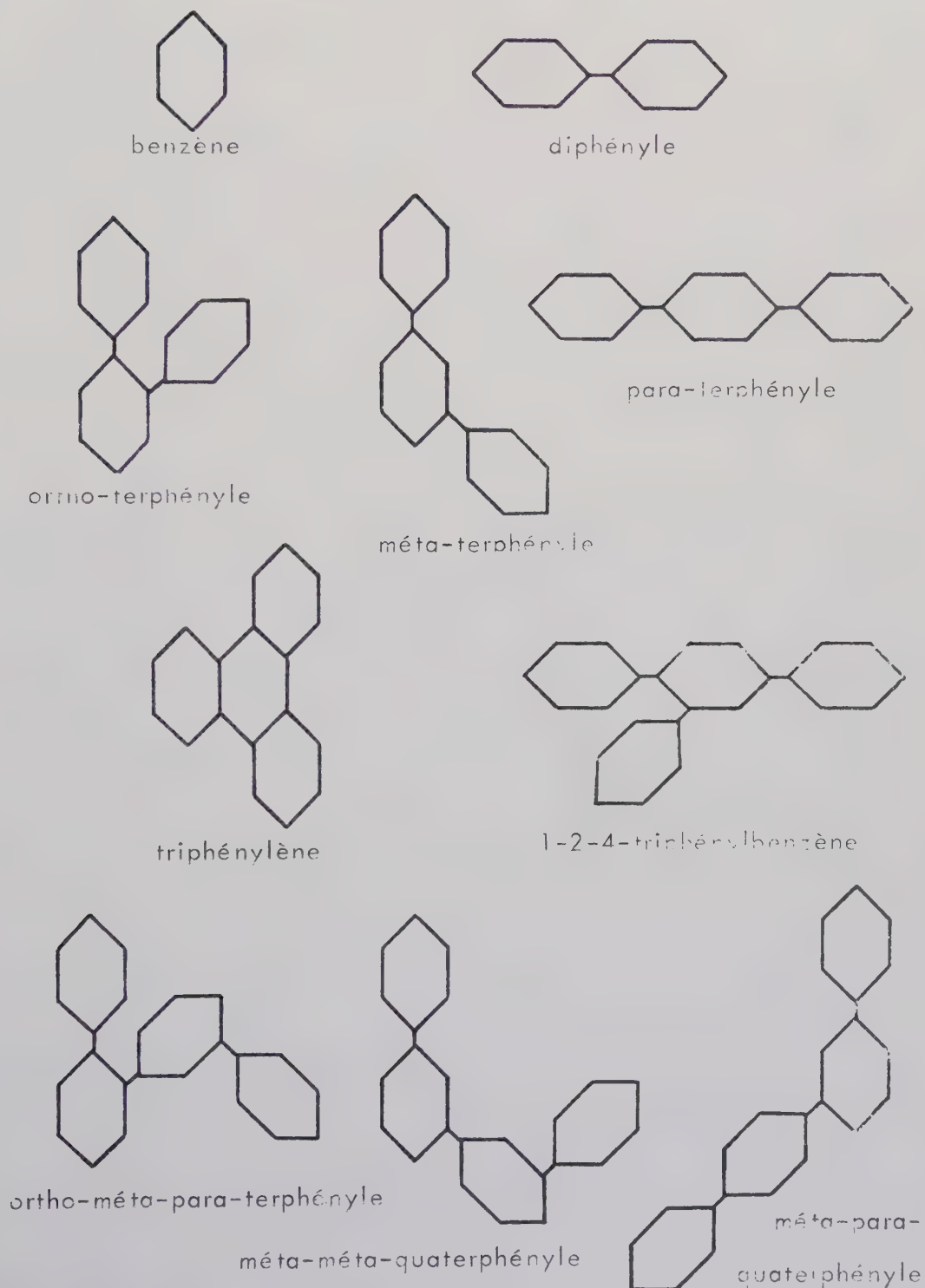


Figure 6

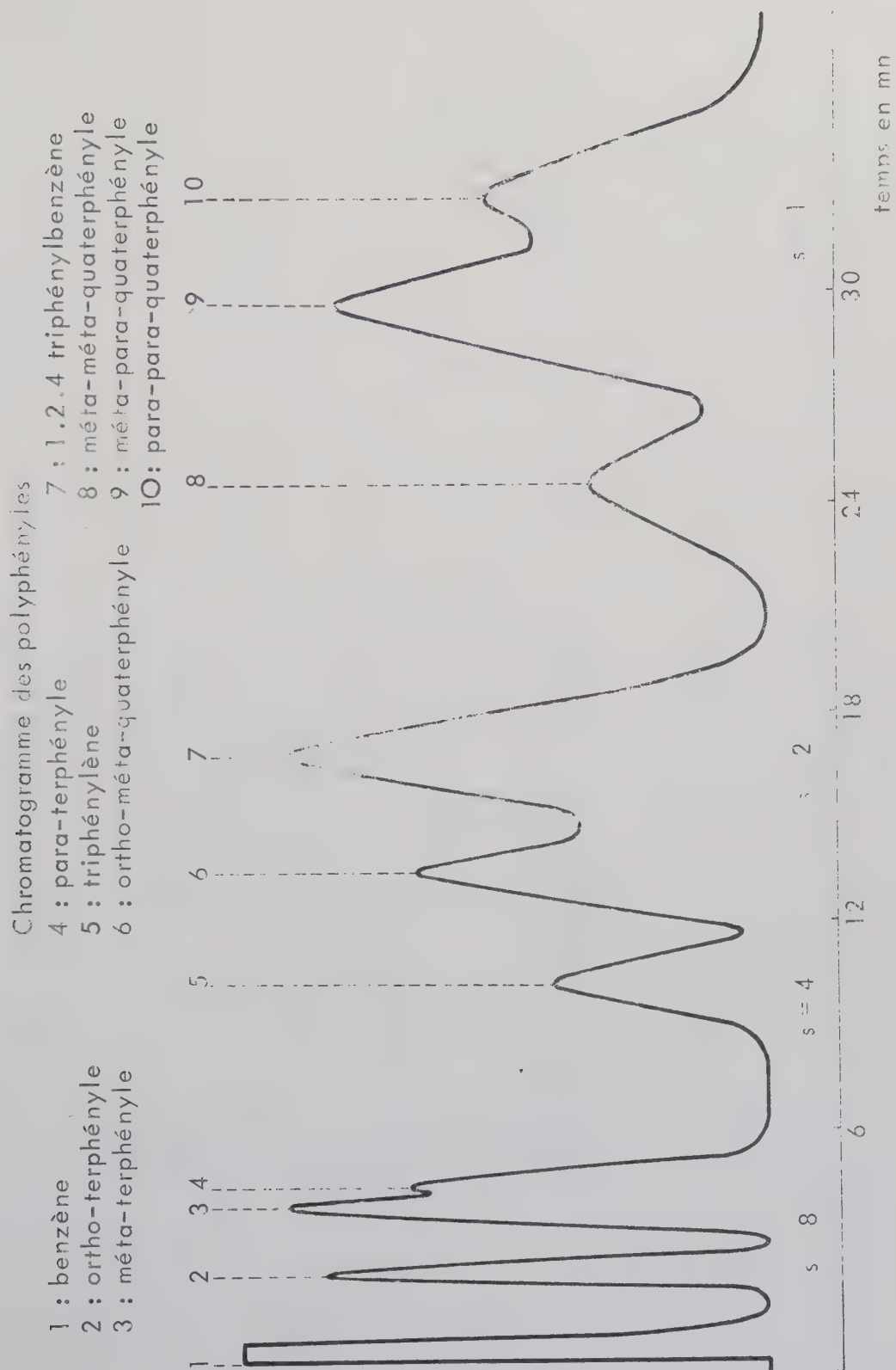


Figure 7

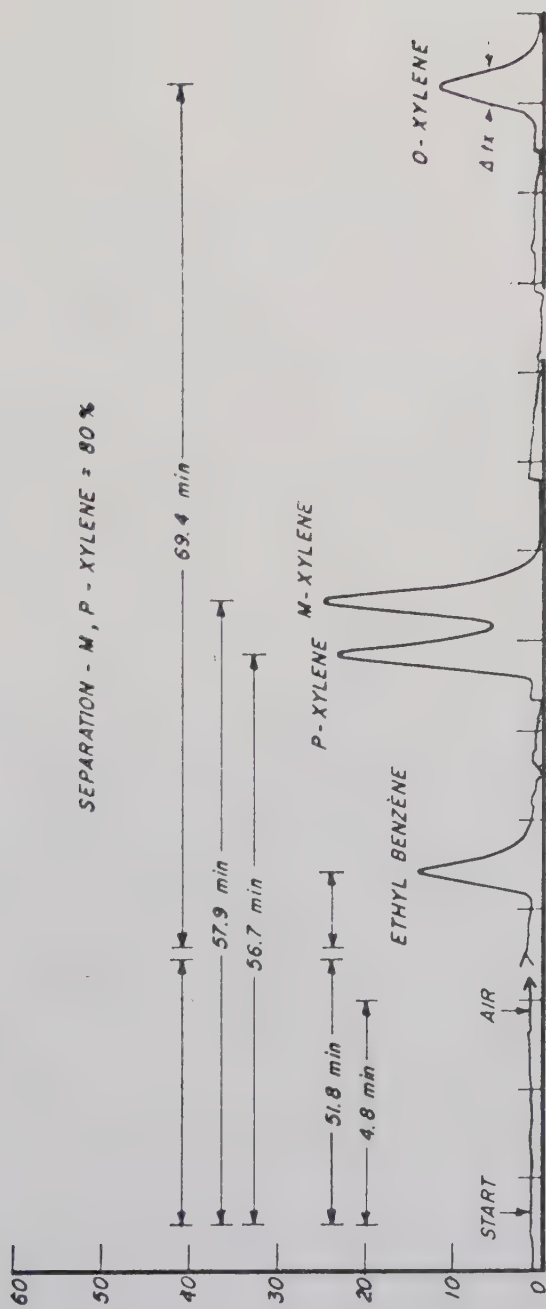


Figure 8

Chromatogramme des 3 terphényles (gobilles de verre) avec 0% de bentone

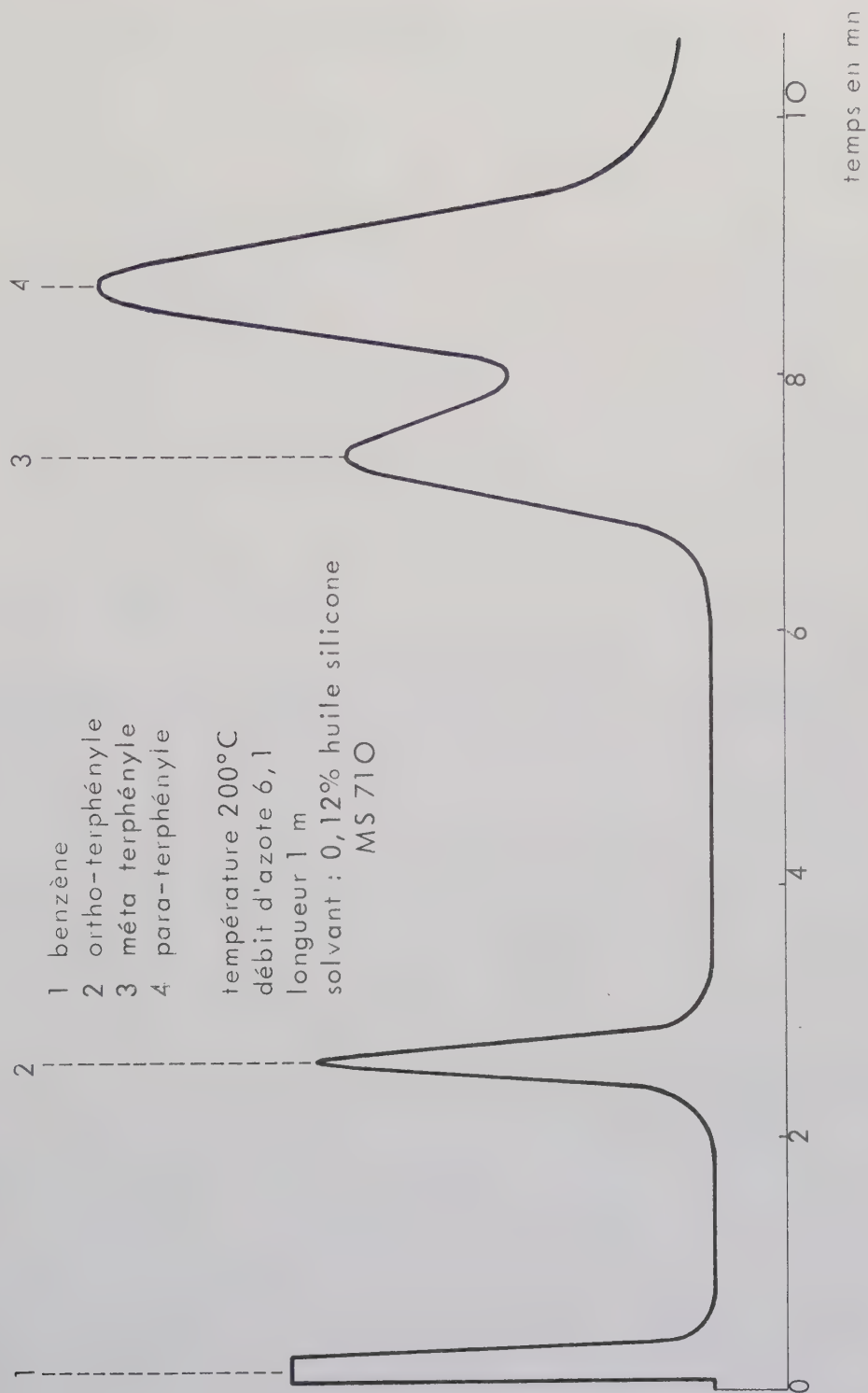


Figure 9

Variation du temps de rétention des terphényles avec la concentration en bentone 34

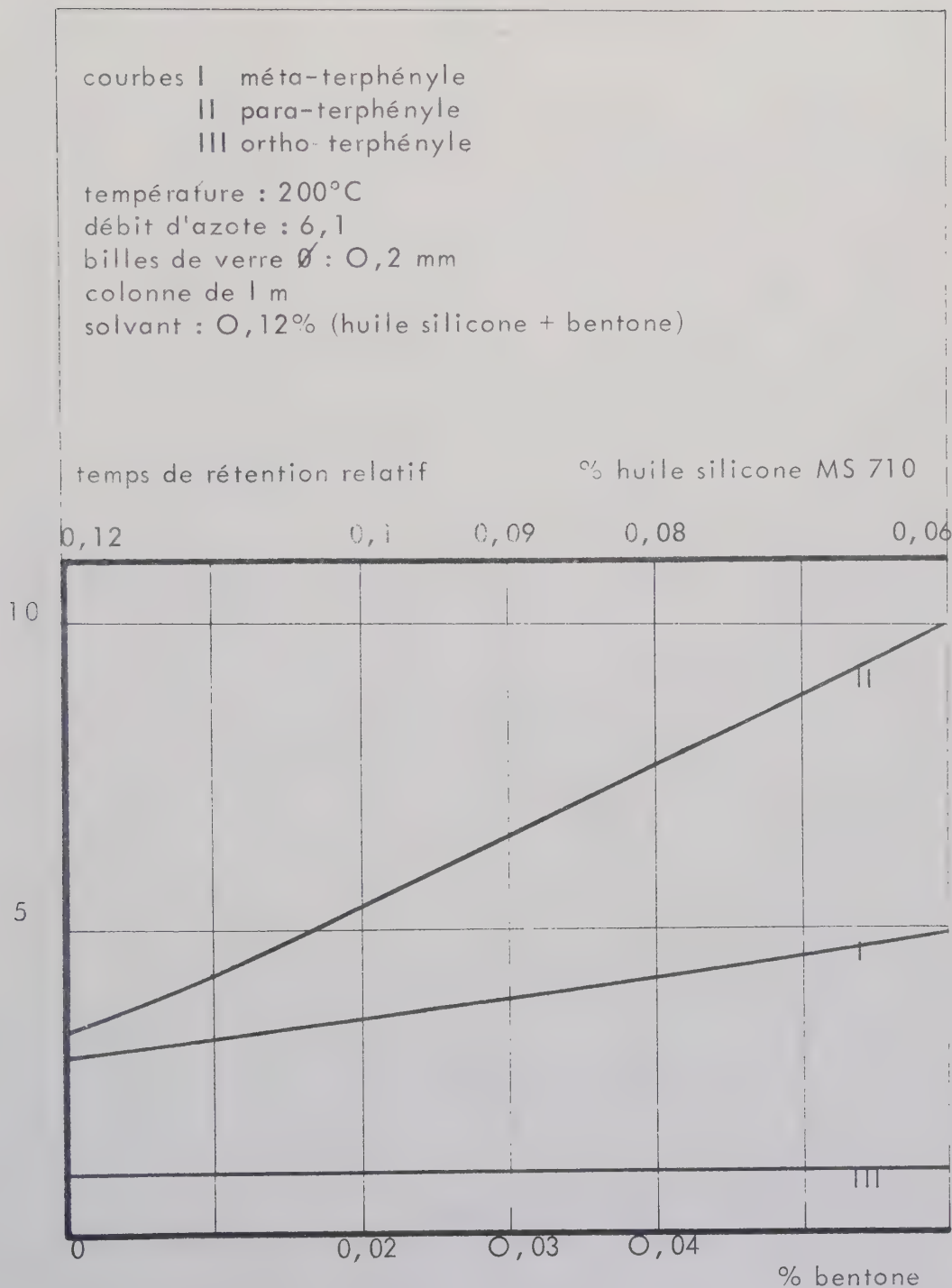


Figure 10

Chromatogramme des 3 triphényles sur billes de verre contenant 0,02 % de bentone

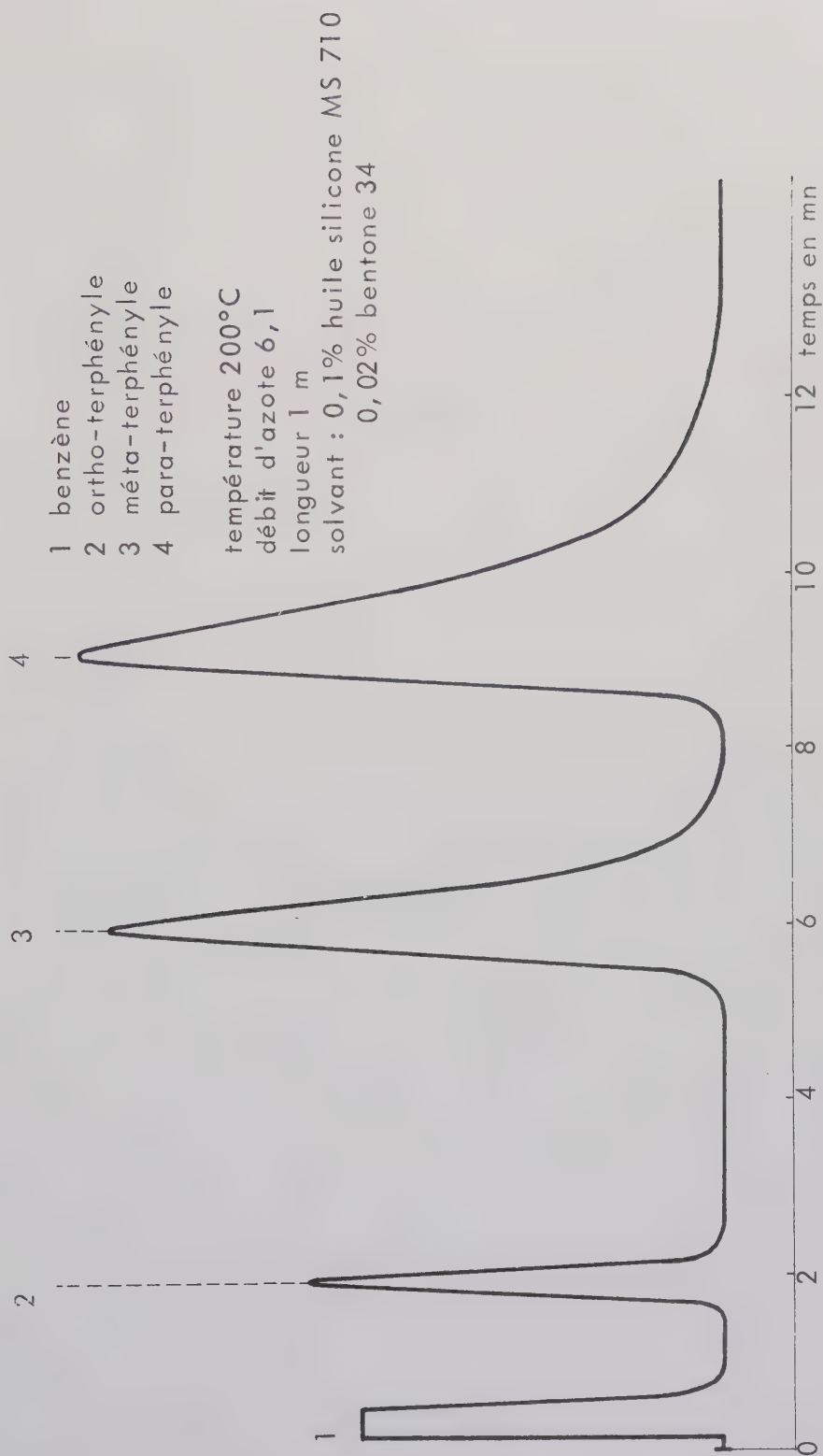


Figure 11

Chromatogramme des 3 triphényles sur billes de verre contenant 0,04 % de bentone

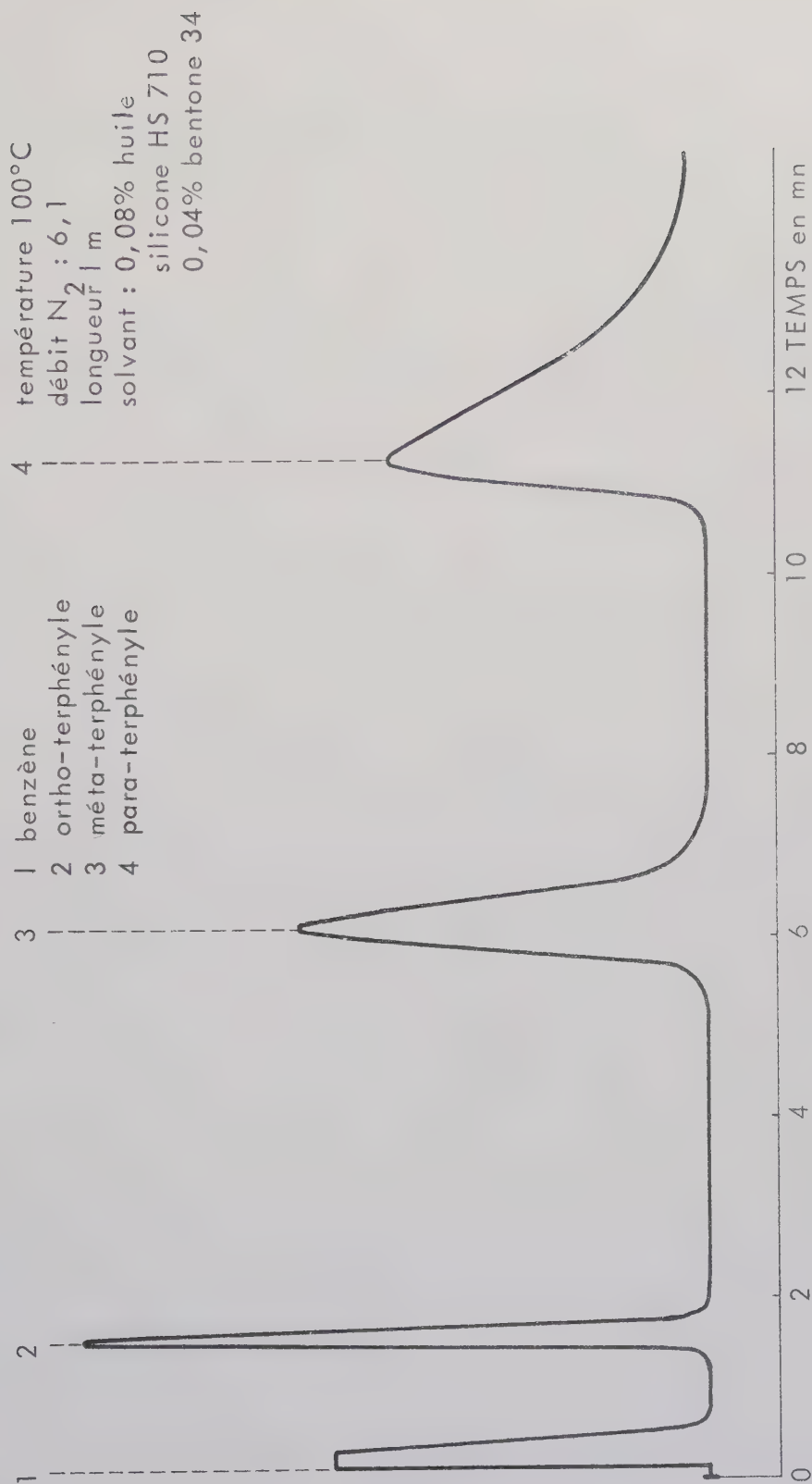


Figure 12

Chromatogramme du chlore et de l'acide chlorhydrique
sur méta-xylène à - 30°C

- 1 injection
- 2 air
- 3 acide chlorhydrique
- 4 chlore

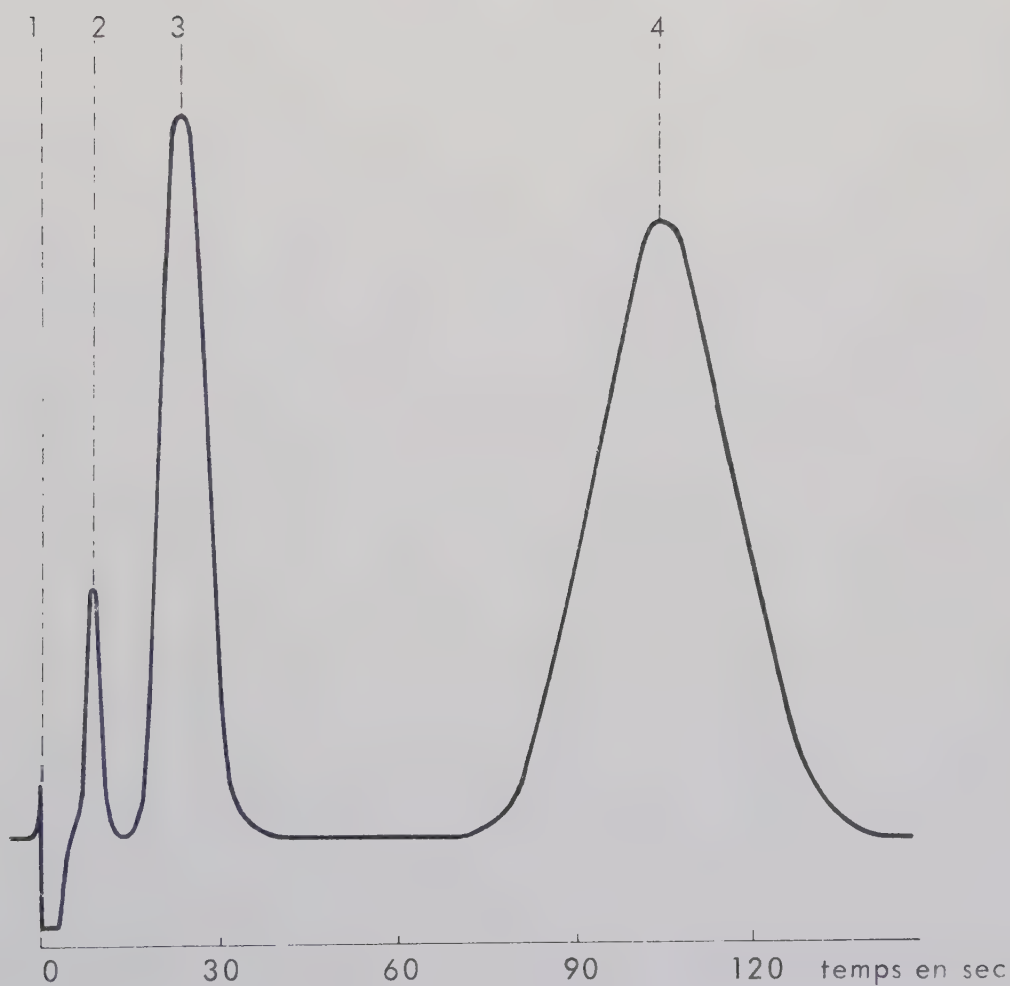


Figure 13

Chromatogramme du propane et du butane
sur méta-xylène à - 30°C

- 1 injection
- 2 air
- 3 propane
- 4 butane

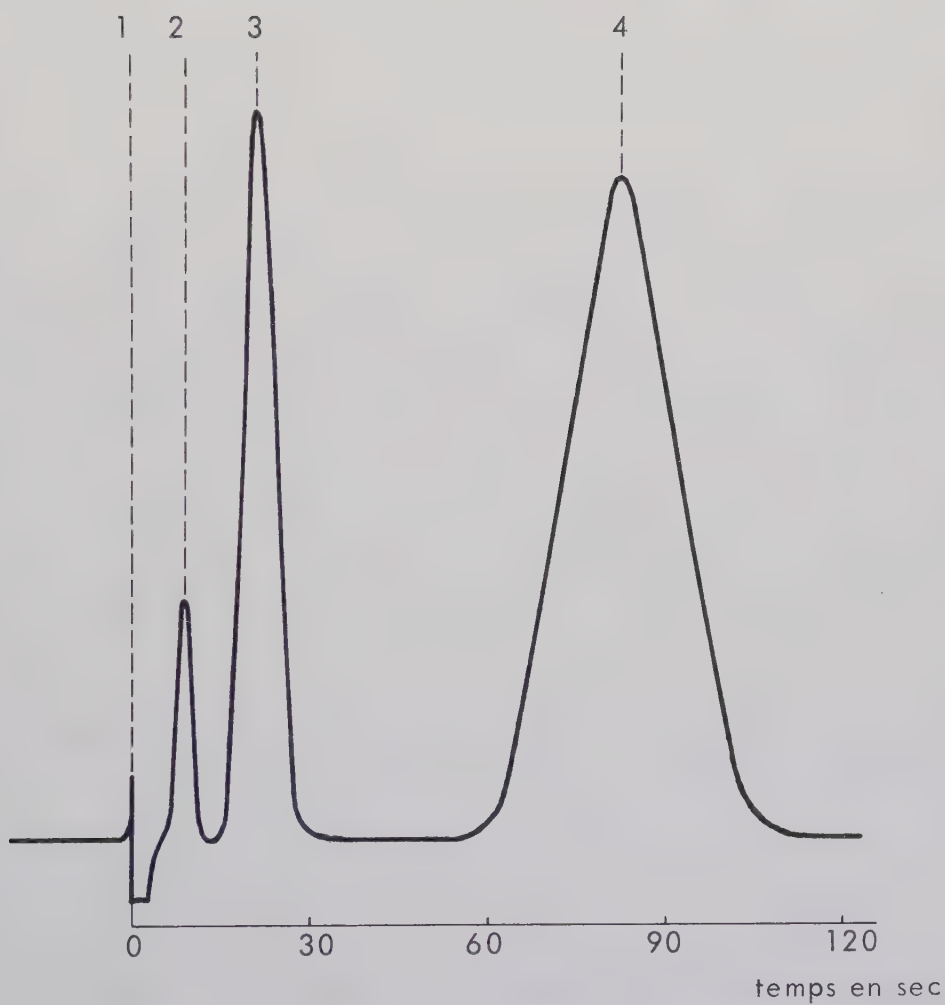


Figure 14

Variation de $\text{Log}_e V$ en fonction de $\frac{1}{T}$
 phase stationnaire : élastomère E 301

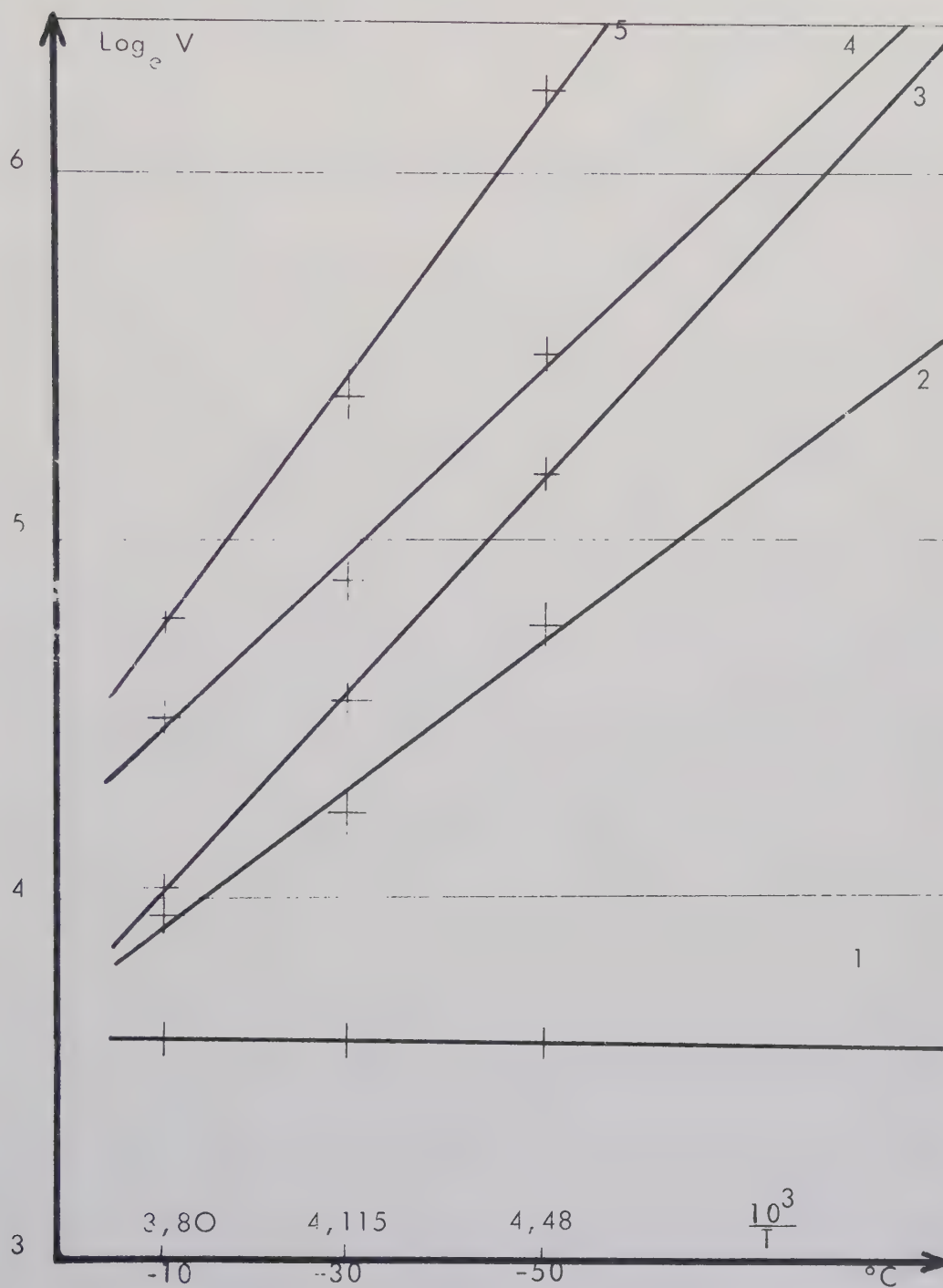


Figure 15

Variation de $\text{Log}_e V$ en fonction de $\frac{1}{T}$
phase stationnaire : toluène

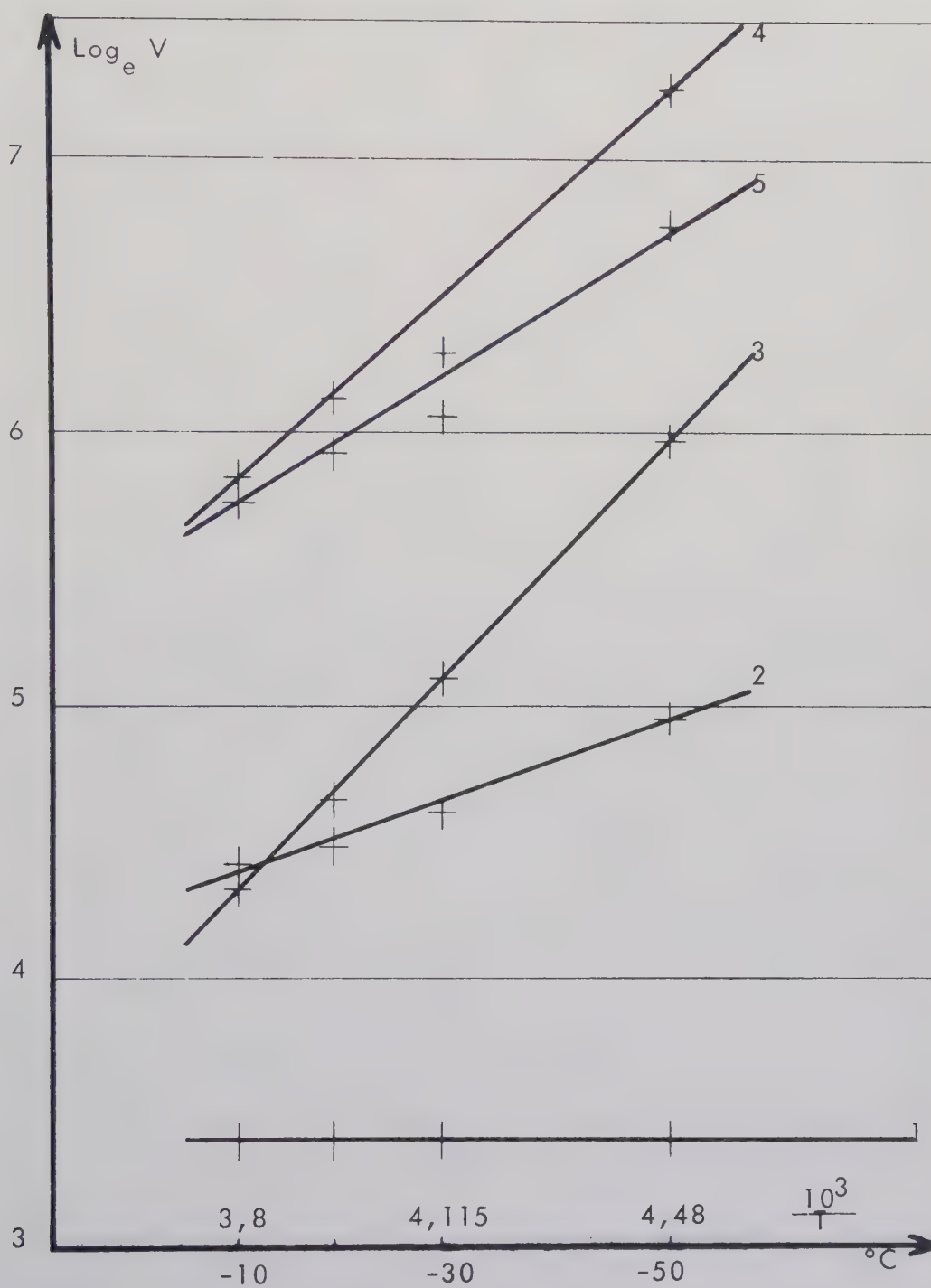


Figure 16

Variation de $\text{Log}_e V$ en fonction de $\frac{1}{T}$. phase stationnaire :
méta-xylène

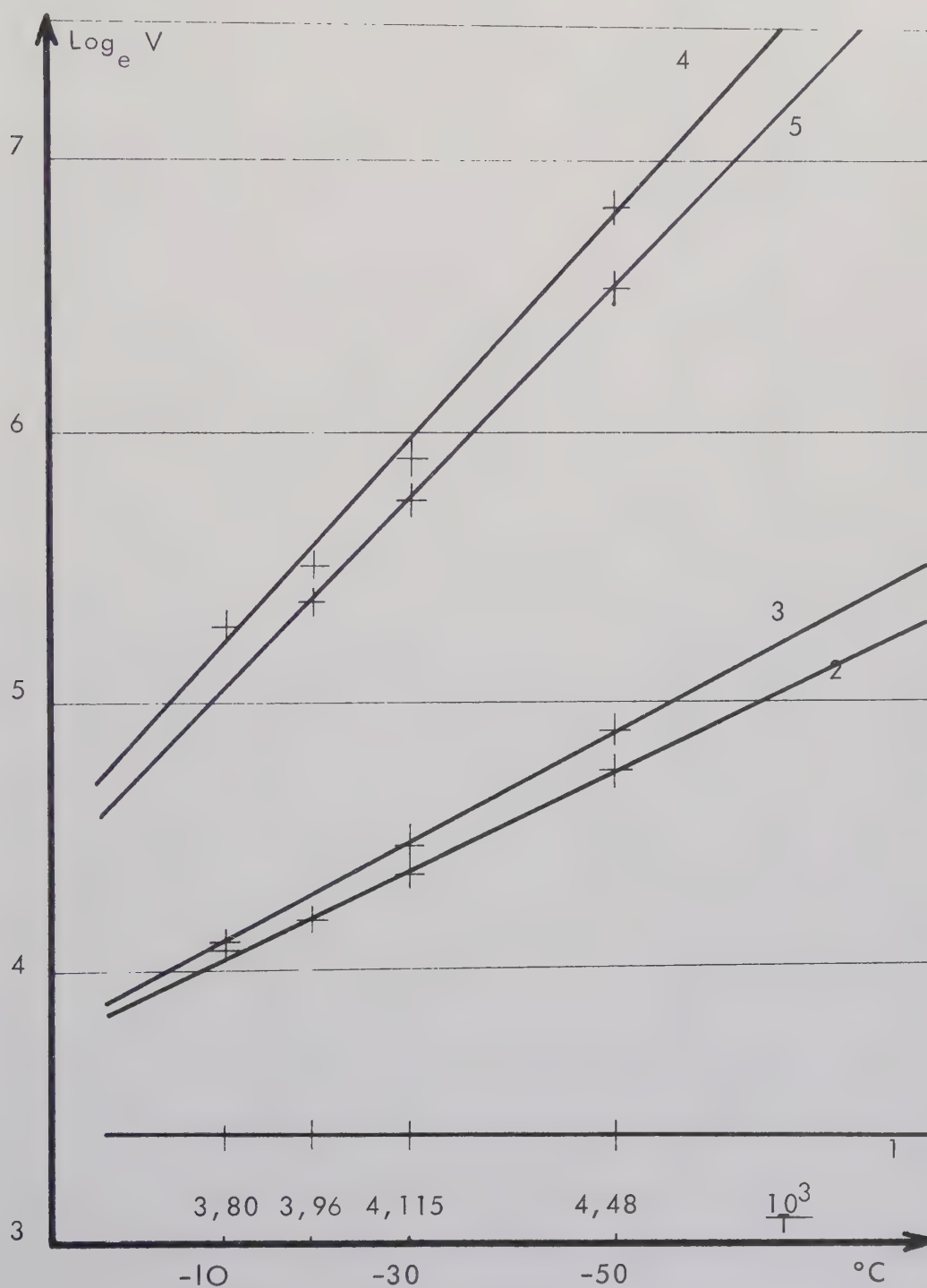


Figure 17

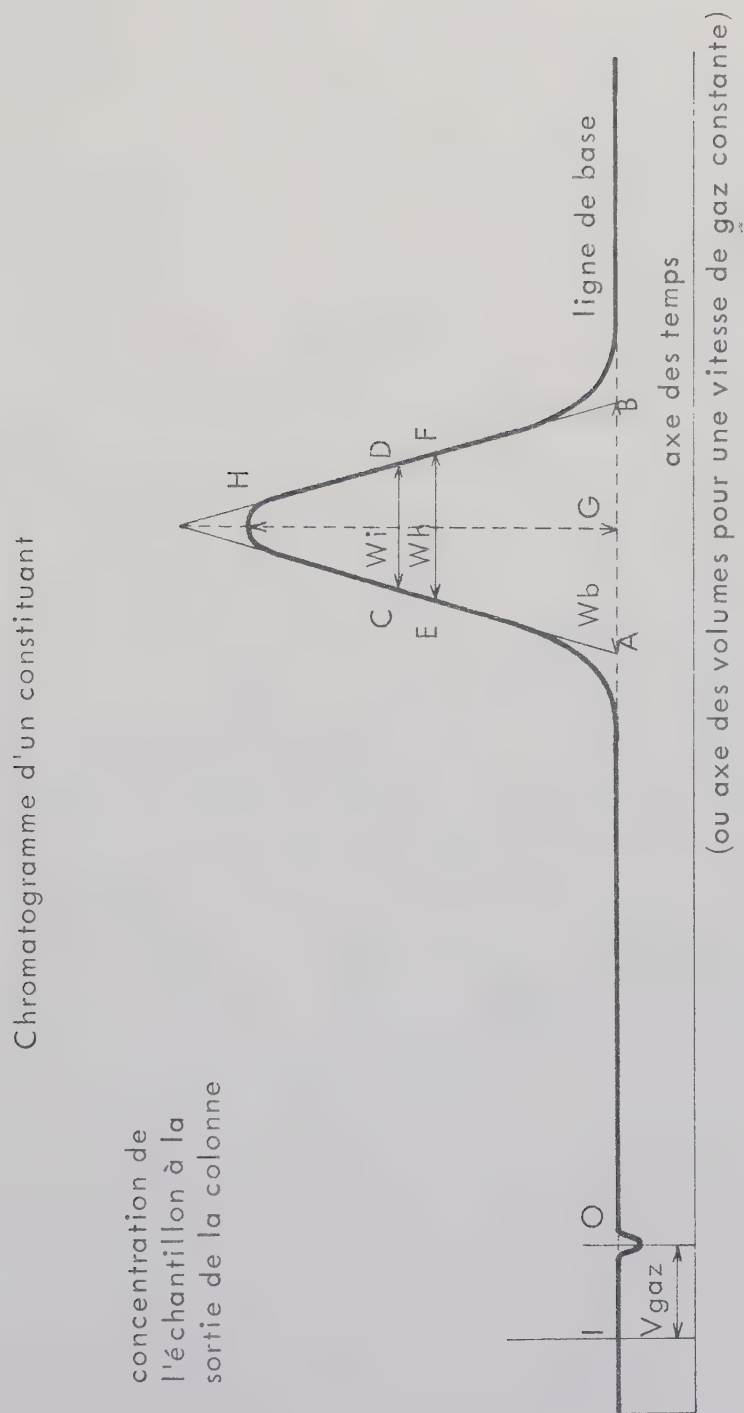


Figure 18

Influence de la nature des isothermes de distribution sur la forme des pics

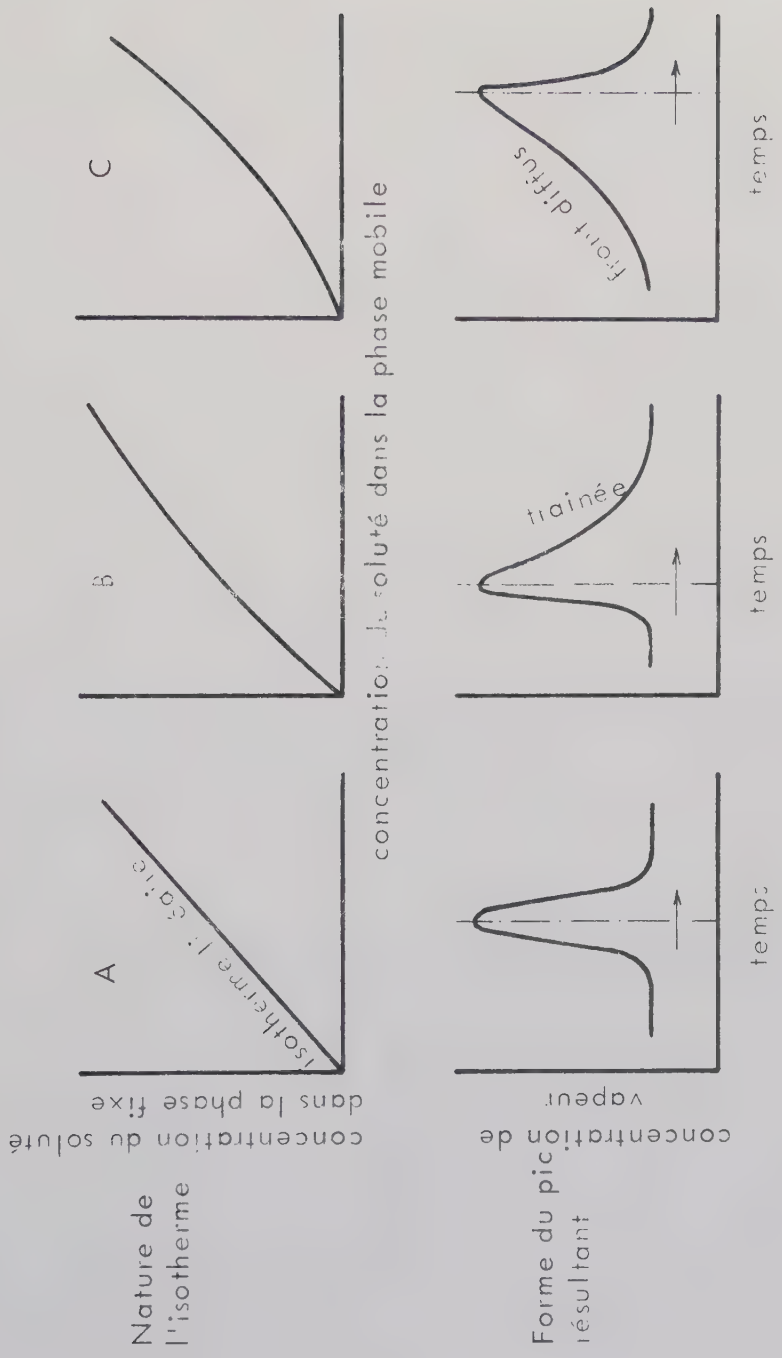


Figure 19

Chromatographie idéale linéaire

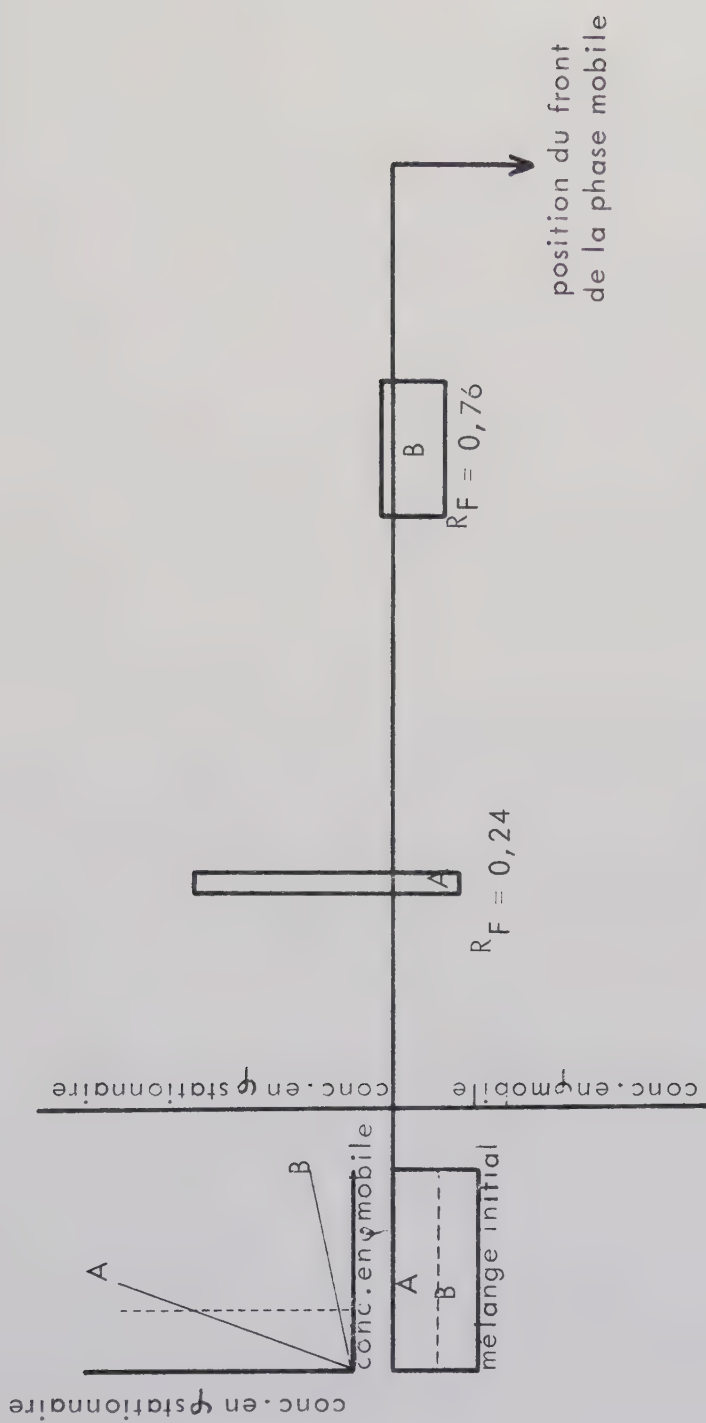


Figure 20

Chromatographie idéale non linéaire

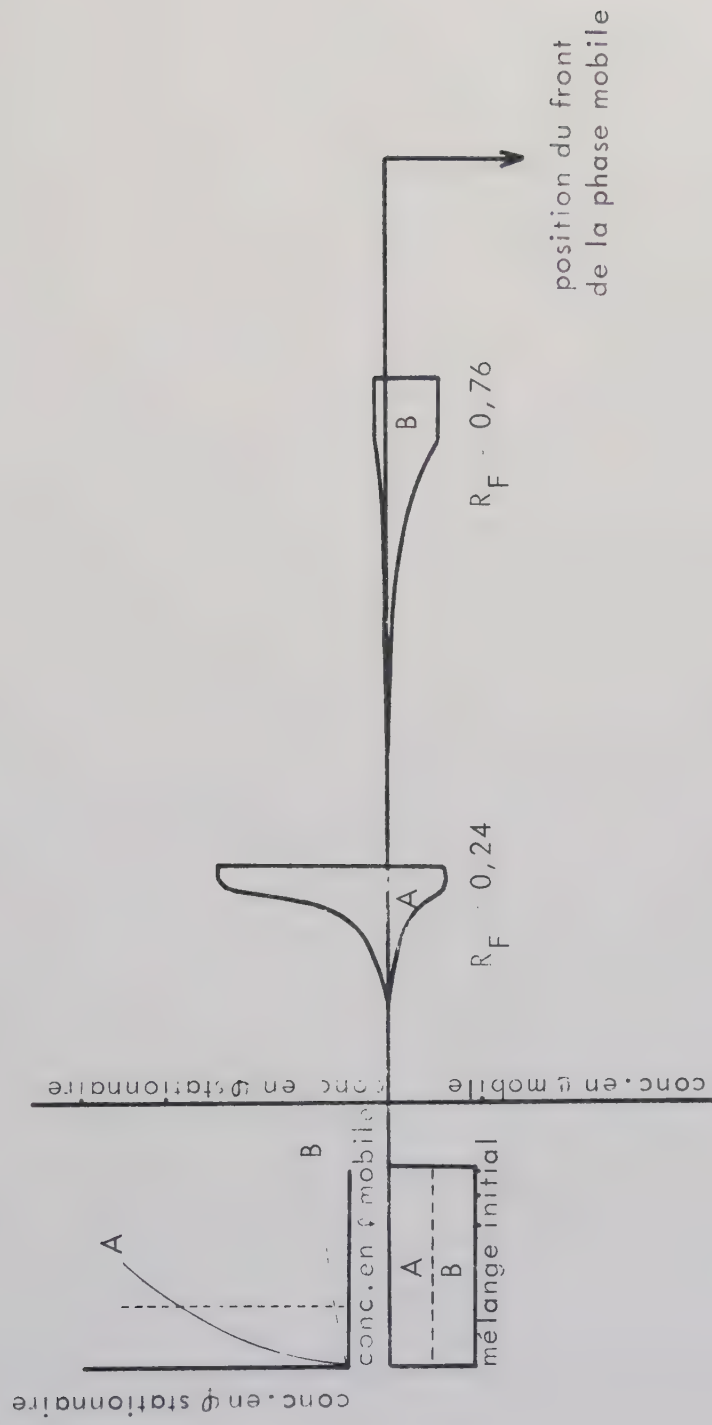


Figure 23

Chromatographie non idéale linéaire

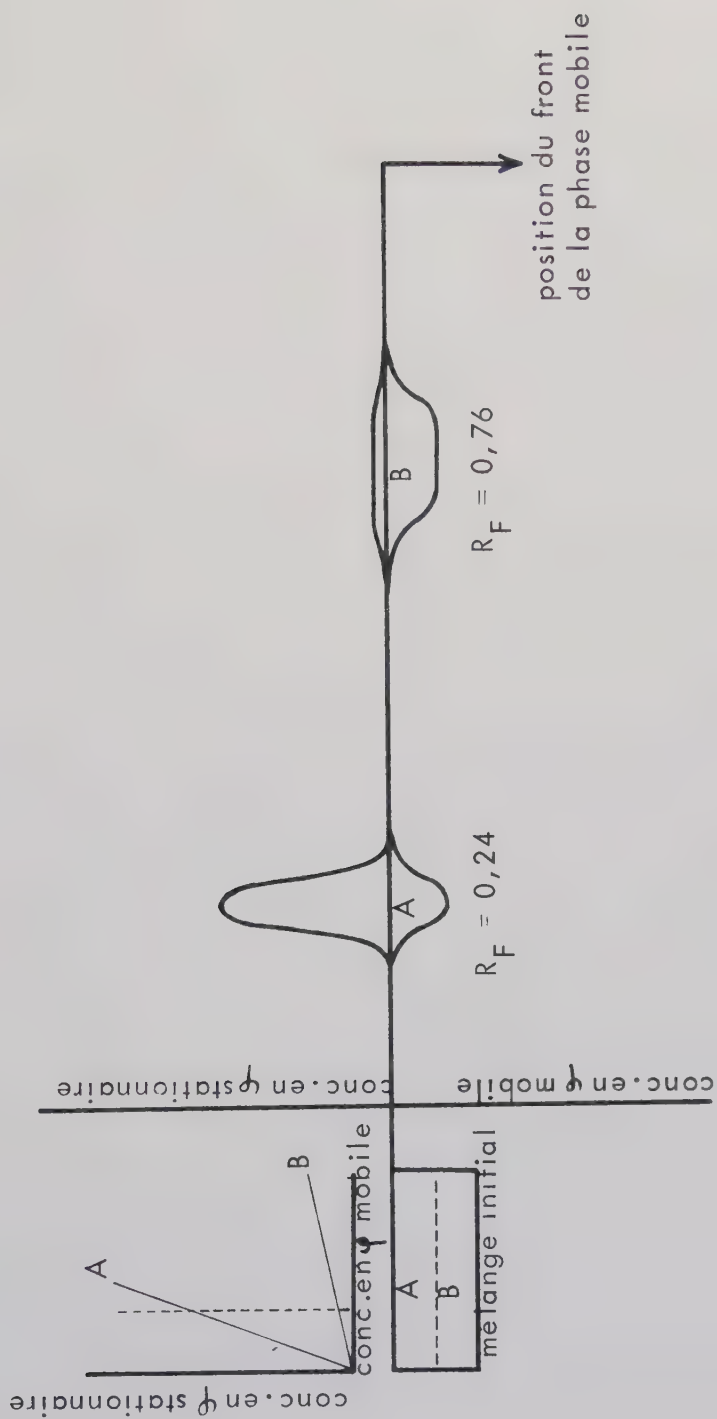


Figure 21

Chromatographie non idéale non linéaire

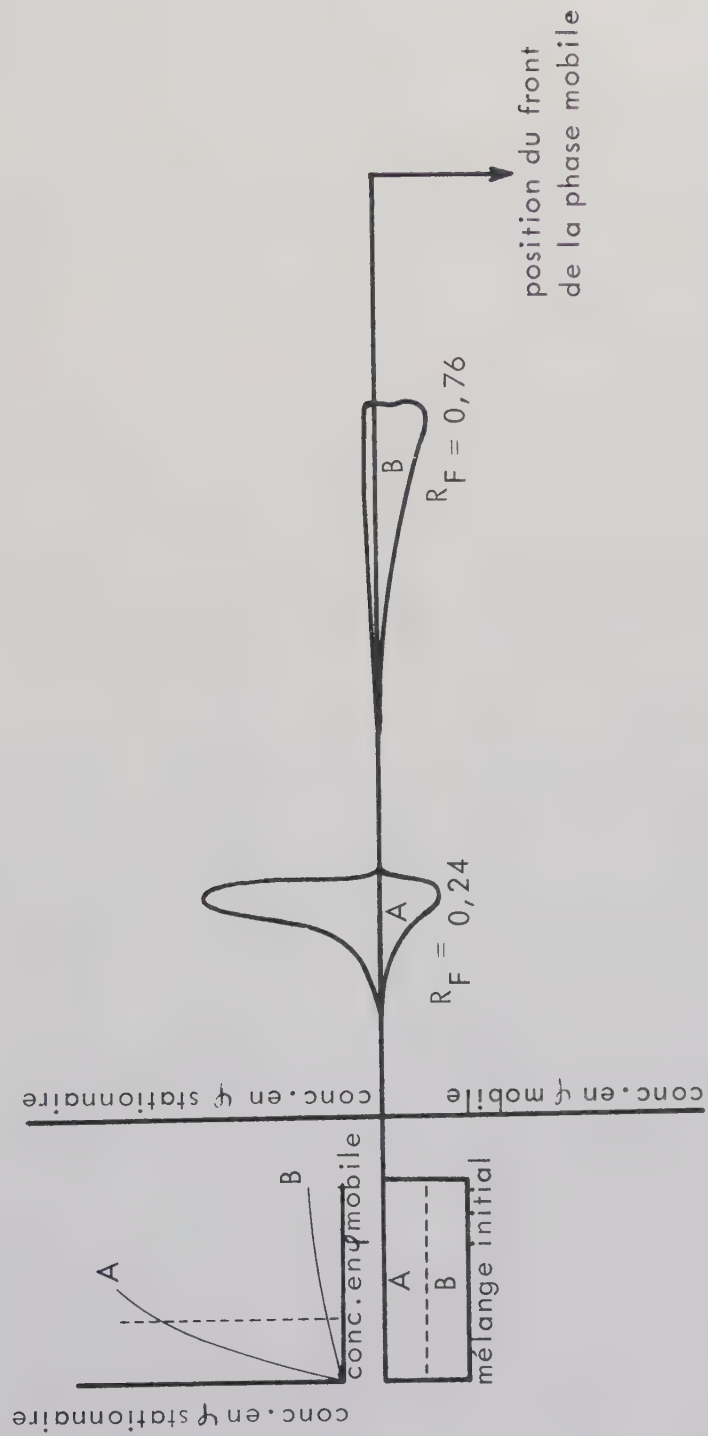


Figure 23

Plateaux successifs d'une colonne de
chromatographie de partition

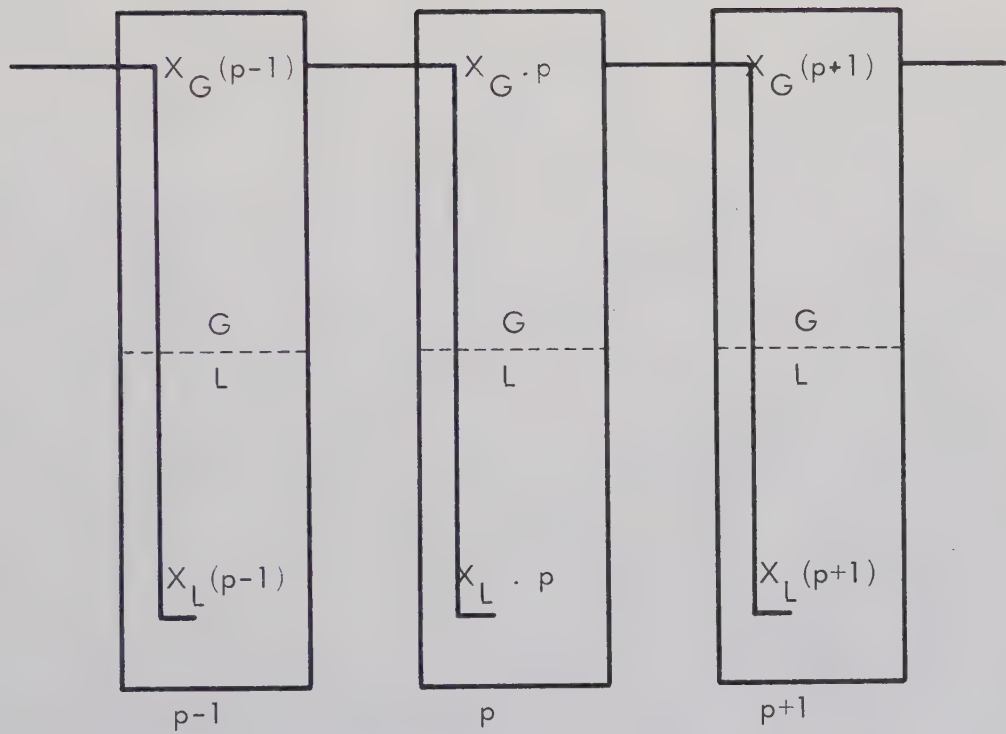


Figure 24

Variation de la concentration en soluté de la phase gazeuse en fonction du volume v pour différentes valeurs de p . (Distribution de Poisson)

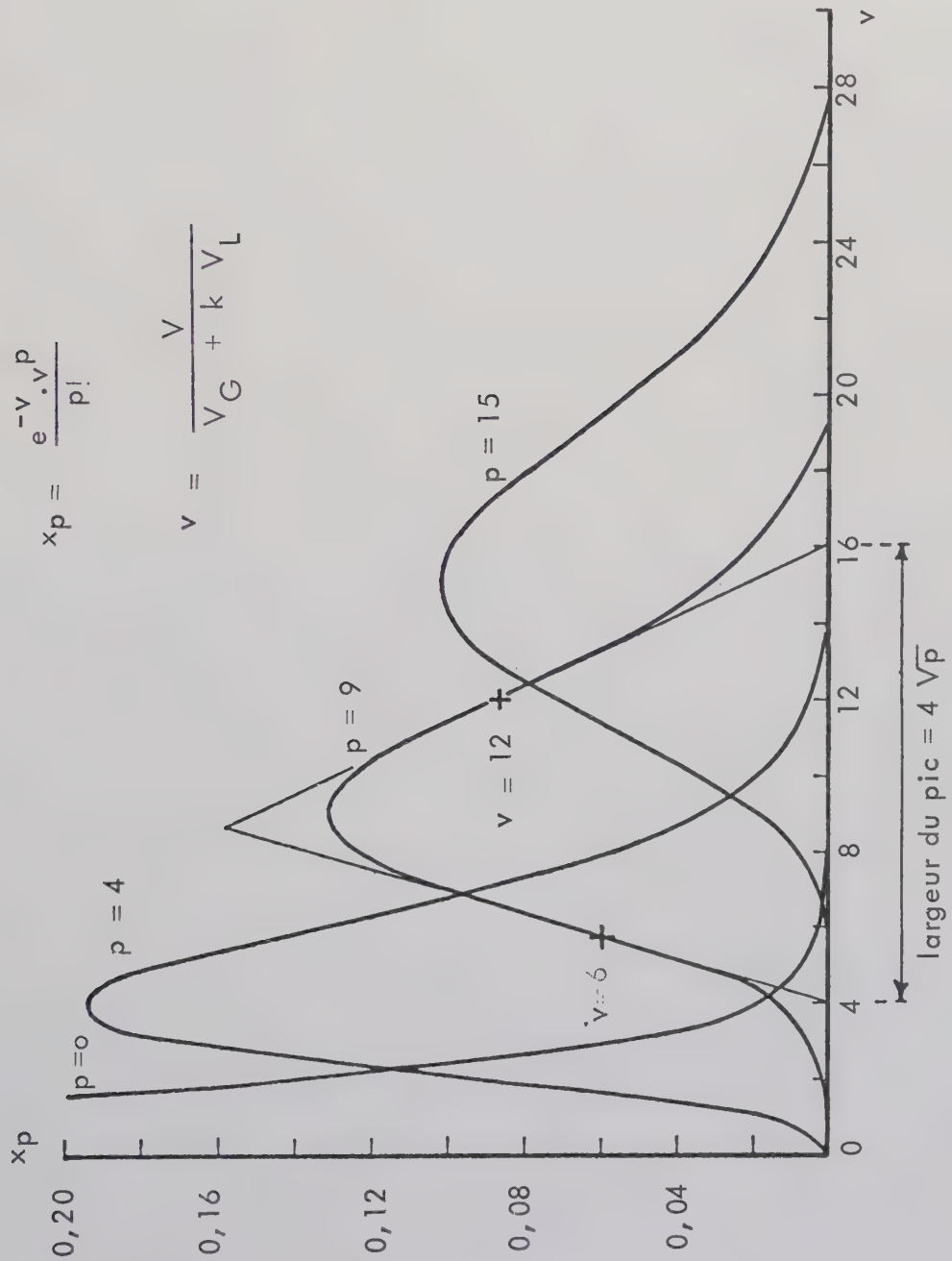


Figure 25

Séparation de 2 solutés en chromatographie idéale linéaire

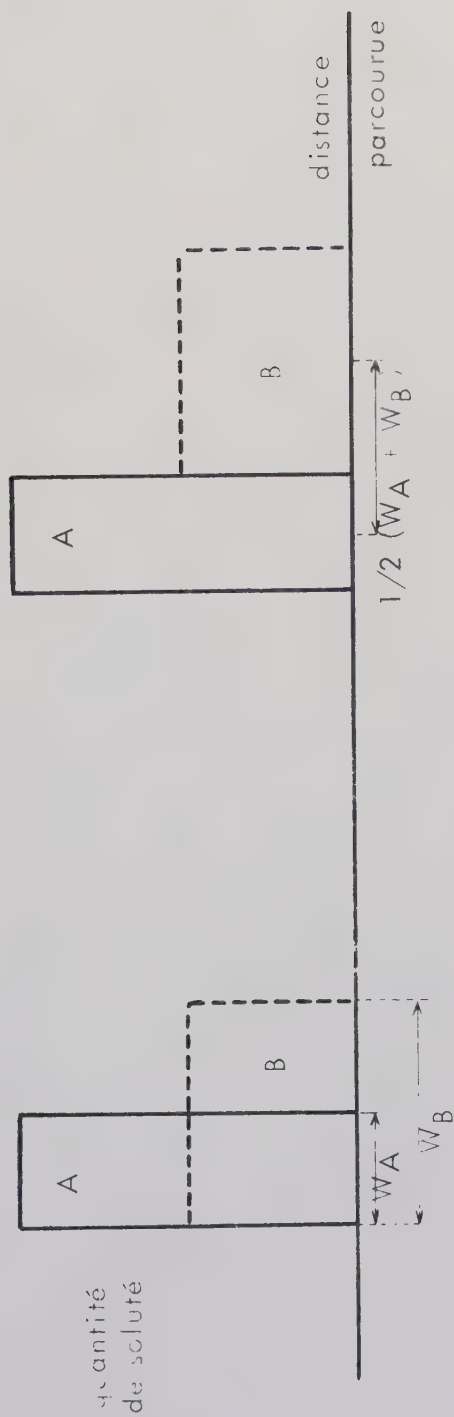


Figure 26

Séparation de 2 solutés en chromatographie
non-idéale linéaire

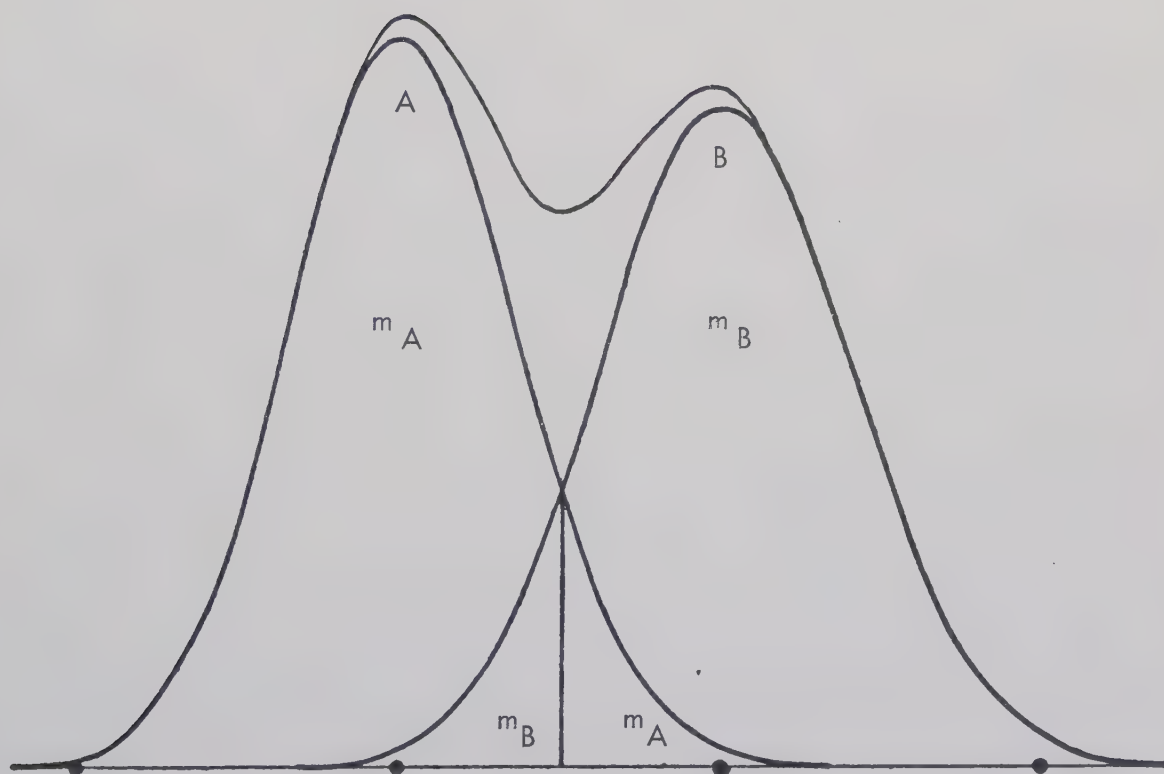


Figure 27

Relation entre le nombre de plateaux, le facteur
de séparation et le degré de séparation

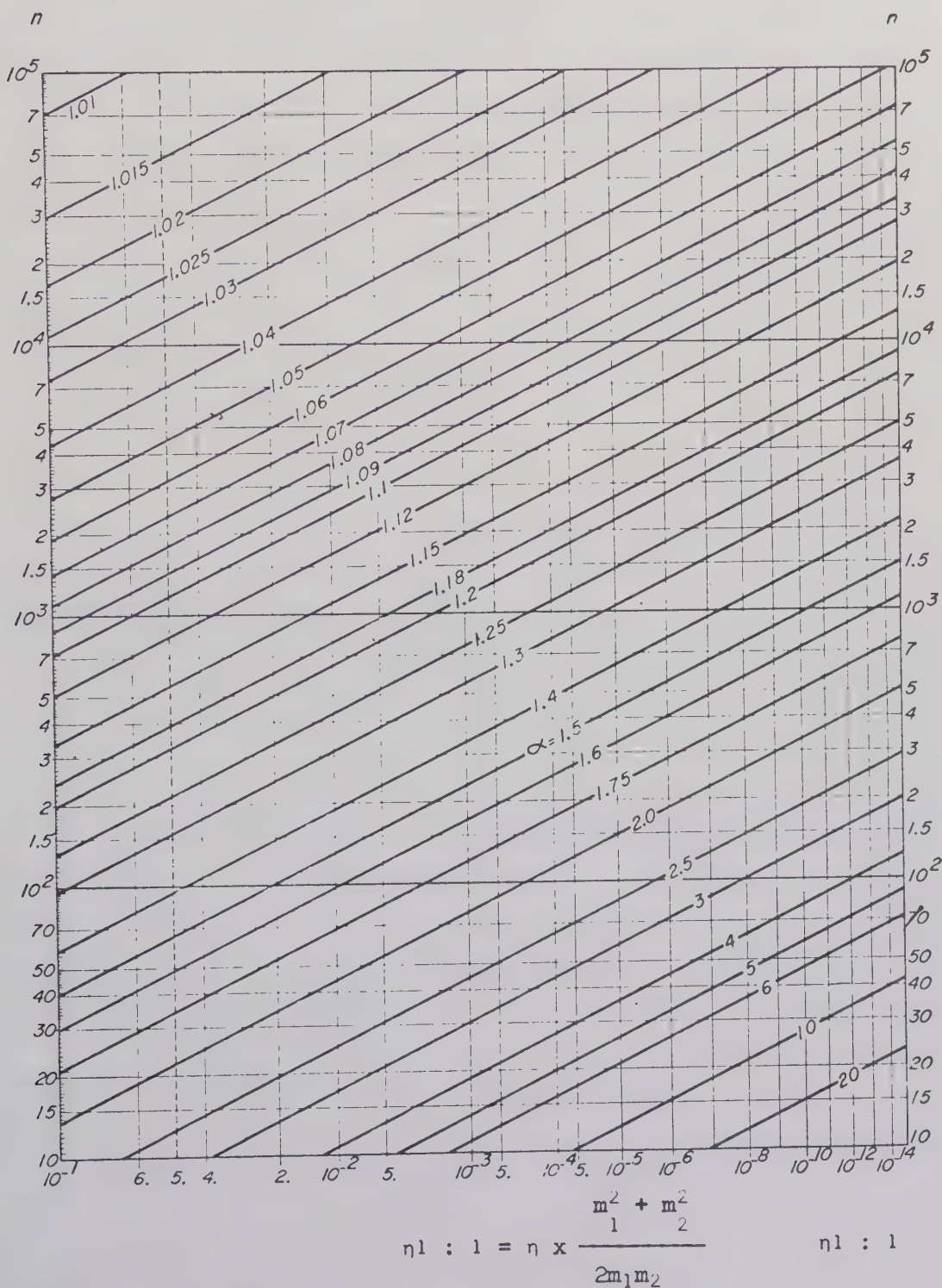


Figure 28

Transfert de masse entre la phase gazeuse
et la phase liquide

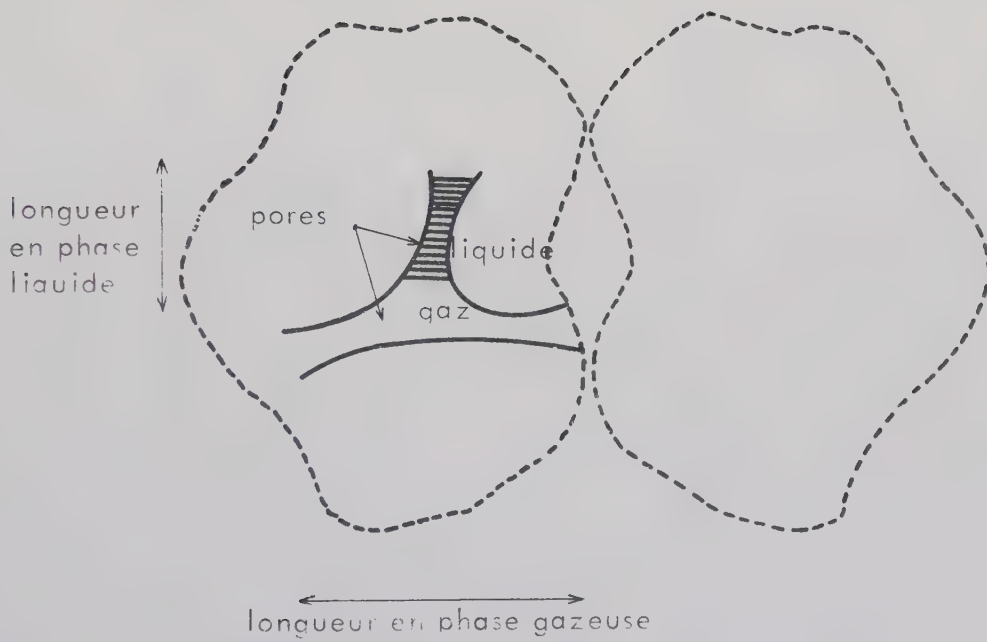


Figure 29

Représentation du phénomène de transport du soluté dans une colonne

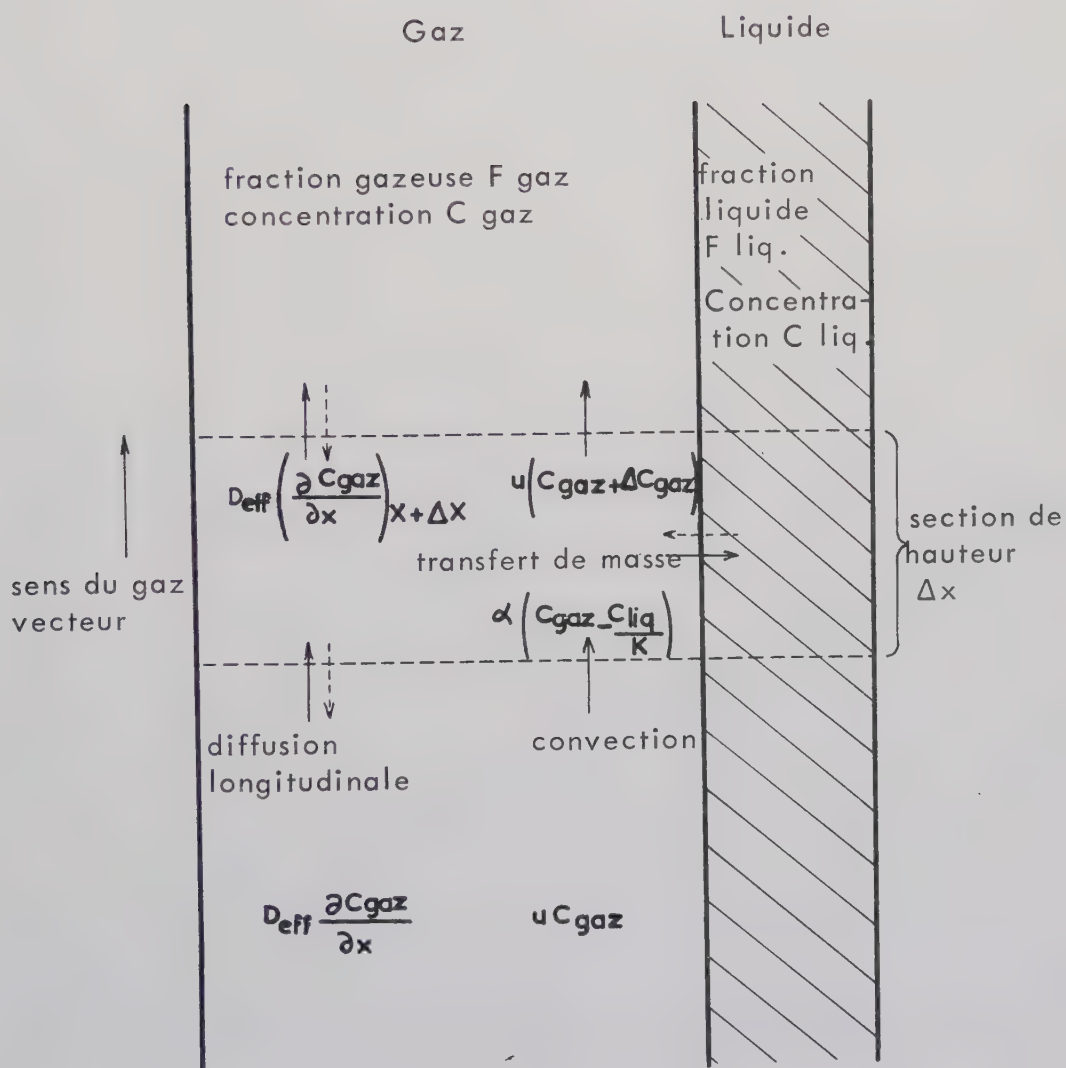


Figure 30

Variation de HEPT avec la vitesse linéaire
du gaz vecteur

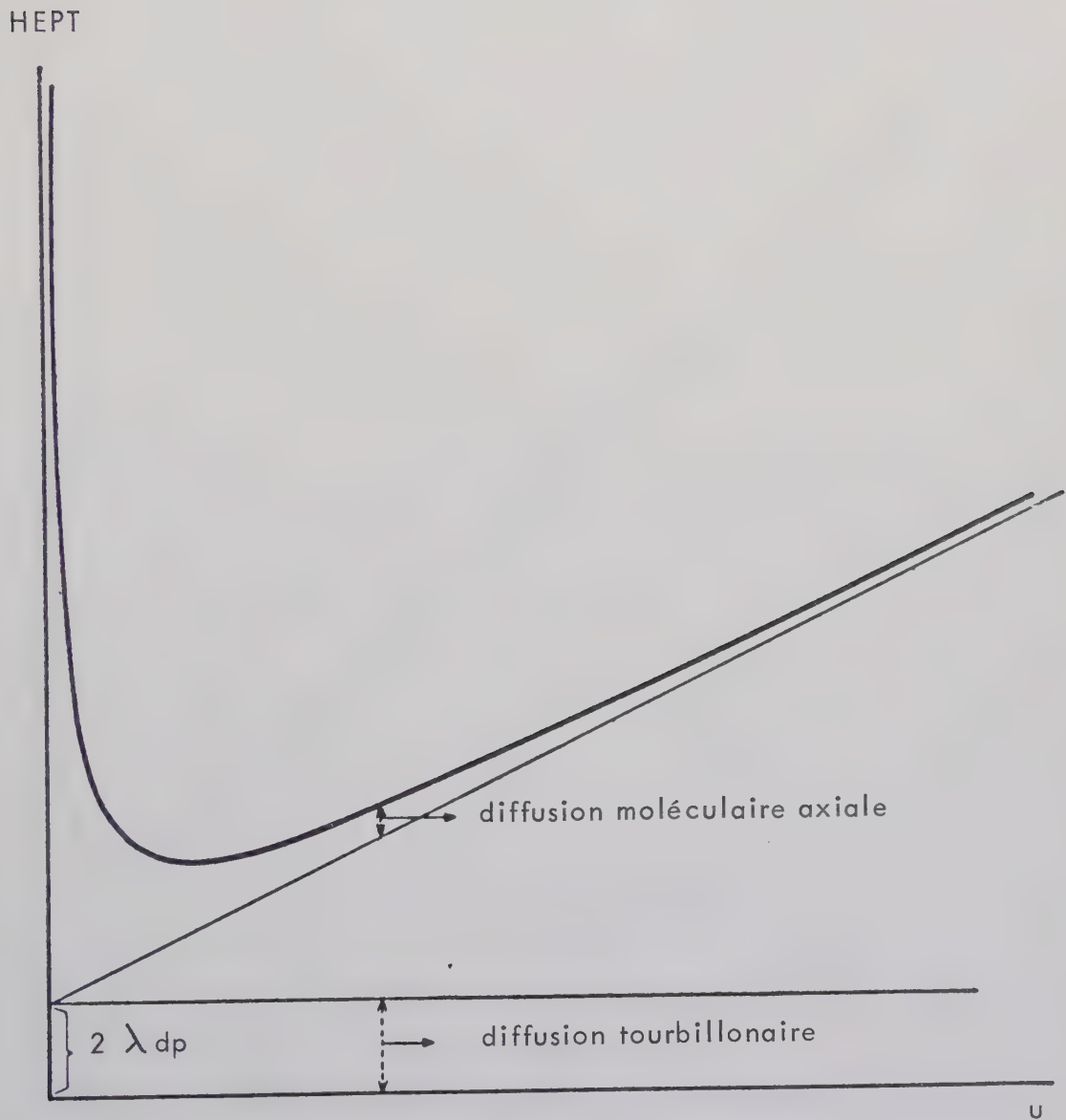


Figure 31

Variation de HEPT avec l'inverse de la
vitesse linéaire du gaz vecteur

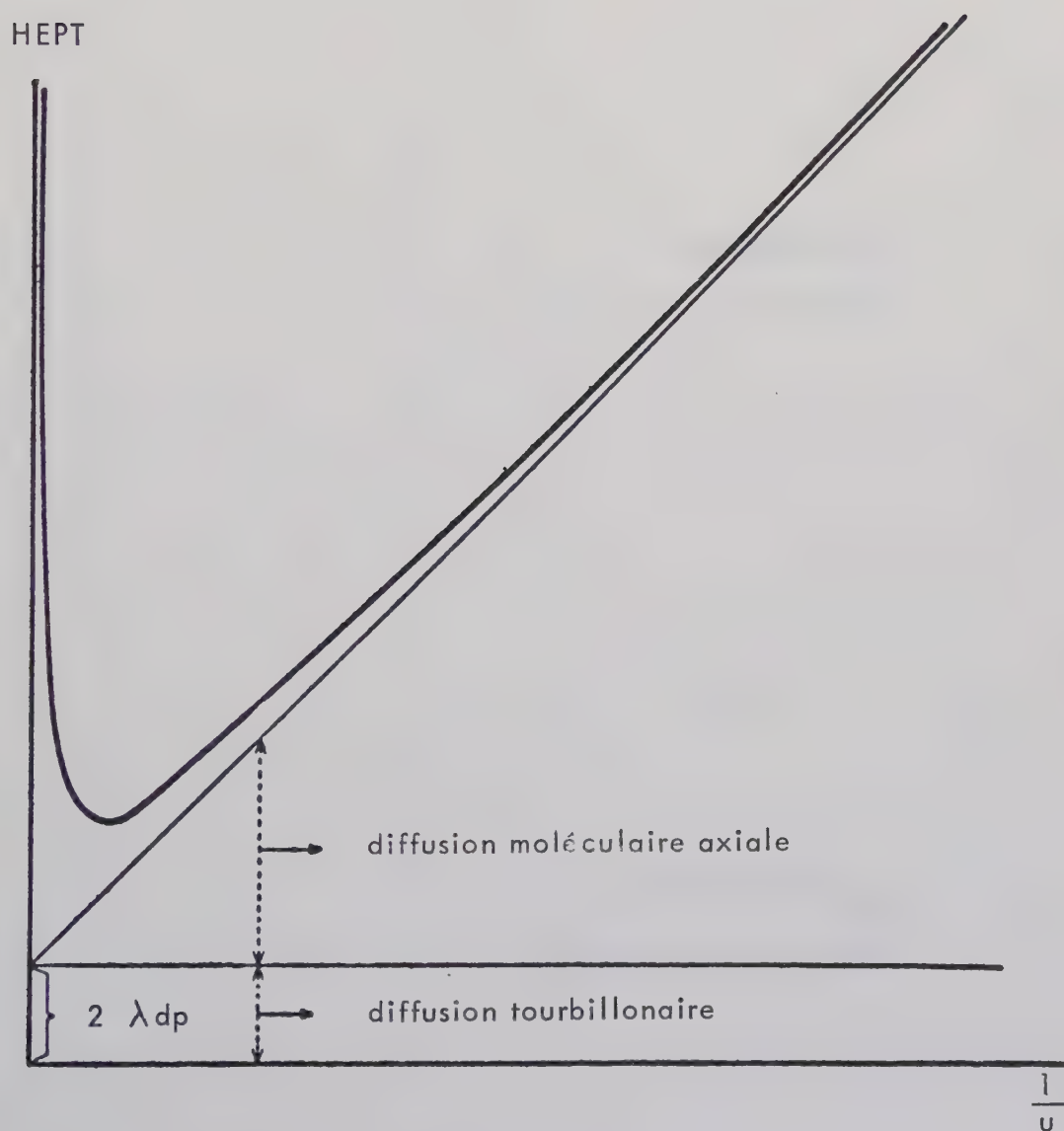


Figure 32

Variation de la pression et de la vitesse du gaz vecteur dans une colonne

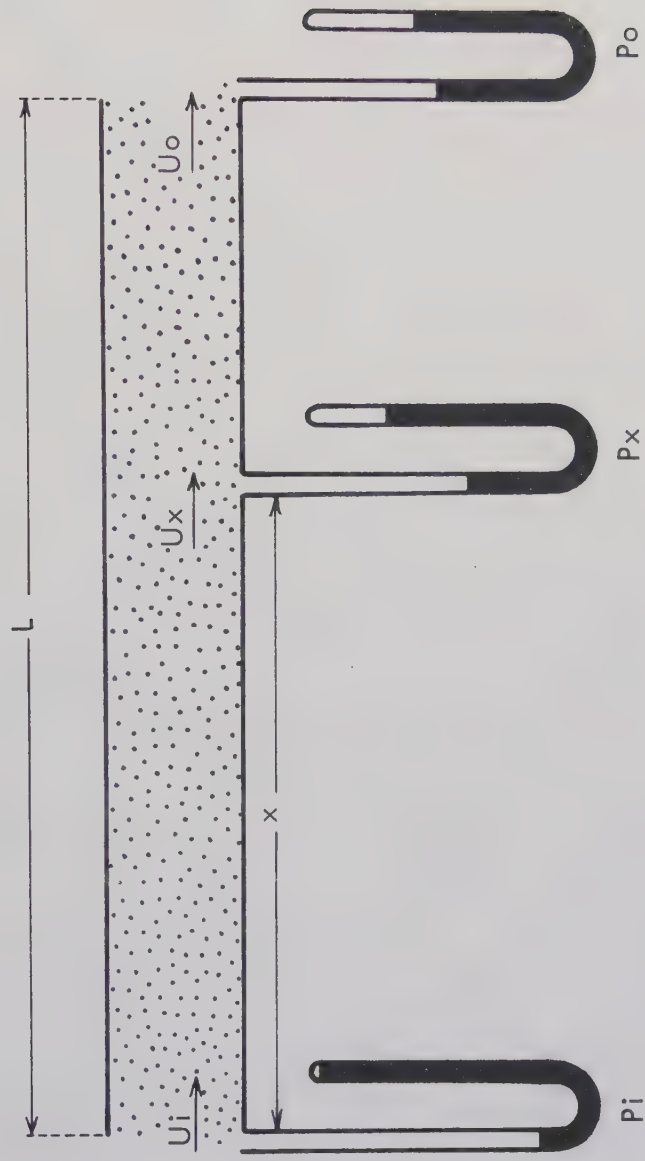


Figure 33

Variation de la pression du gaz vecteur dans une colonne

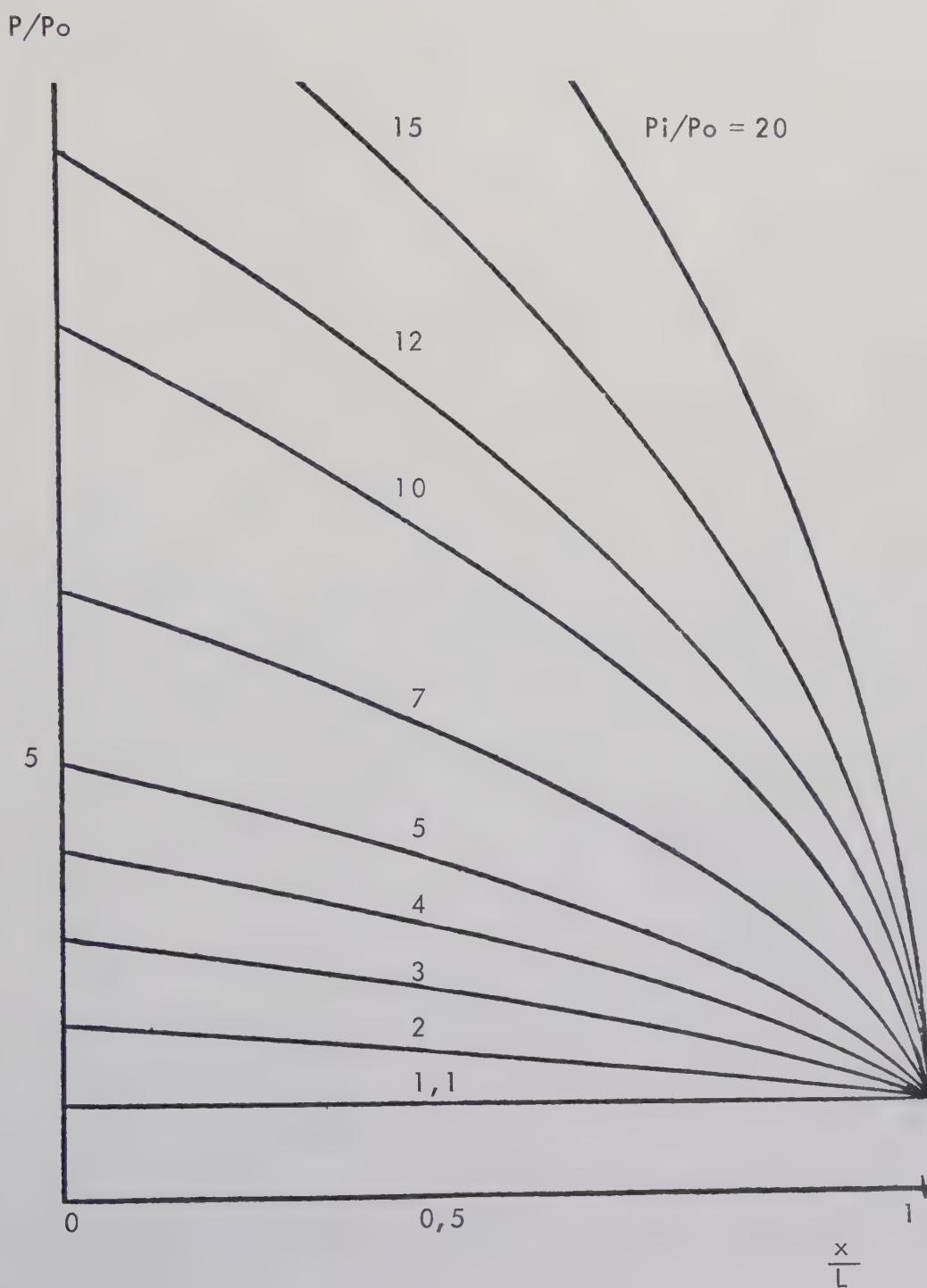


Figure 34

Variation de la pression du gaz vecteur dans une colonne.

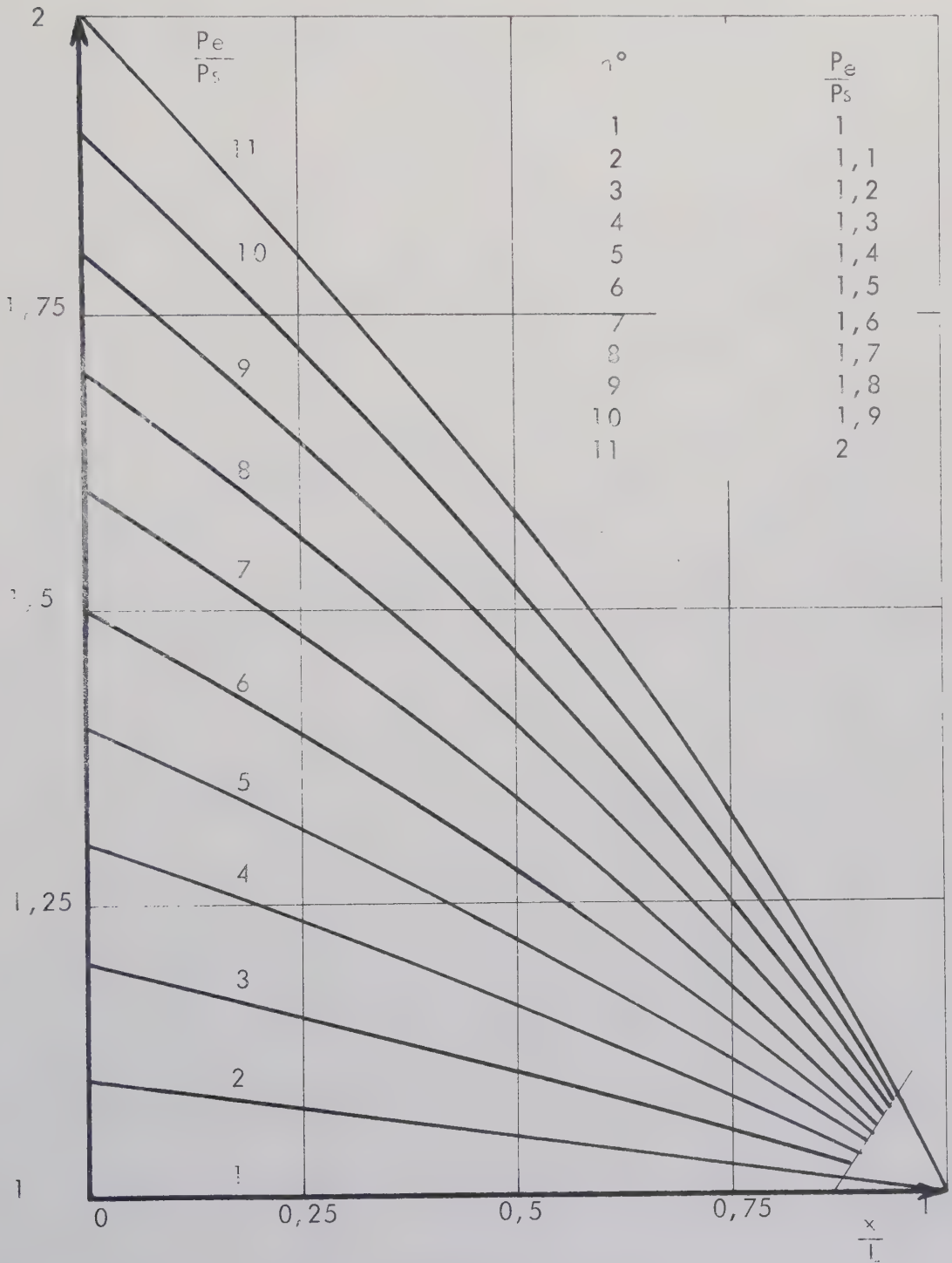


Figure 35

Variation de la vitesse du gaz vecteur dans une
colonne

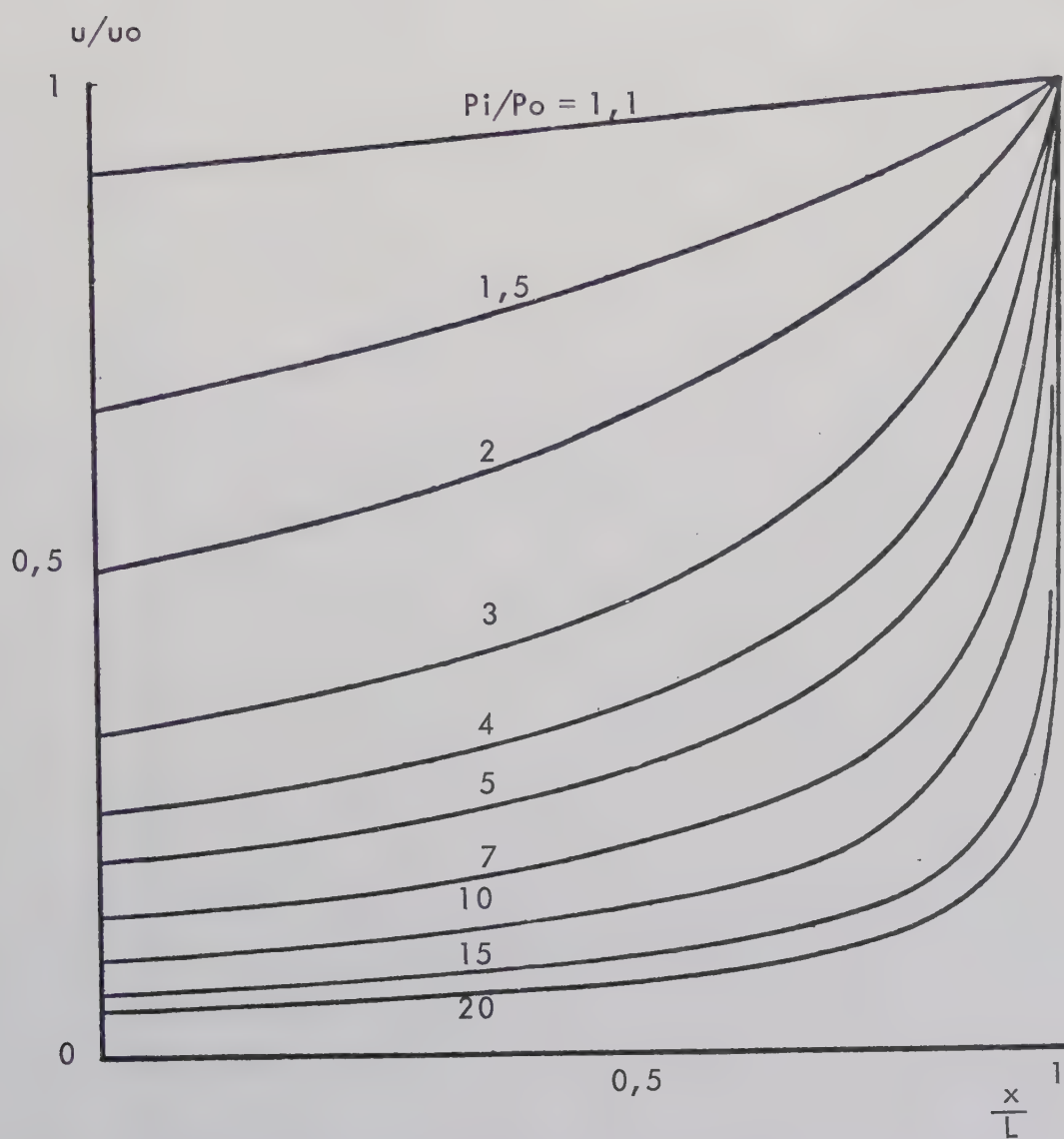


Figure 36

Variation de la vitesse du gaz vecteur dans une colonne

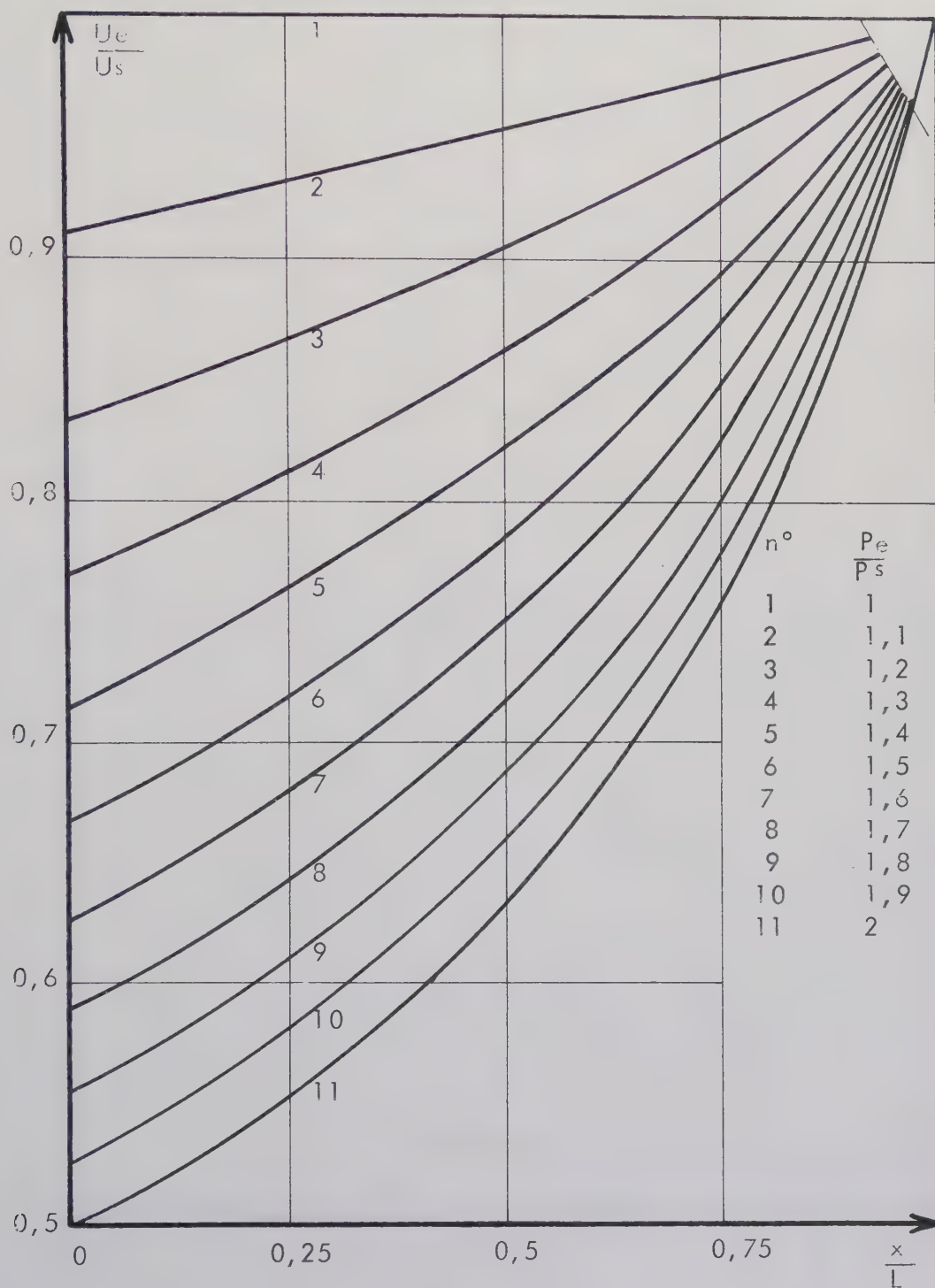


Figure 37

Variations des coefficients M et N avec $\frac{P_e}{P_s}$ de l'équation

$$\text{généralisée (HEPT)} = A + \frac{BM}{U_s} + C \cdot N \cdot U_s$$

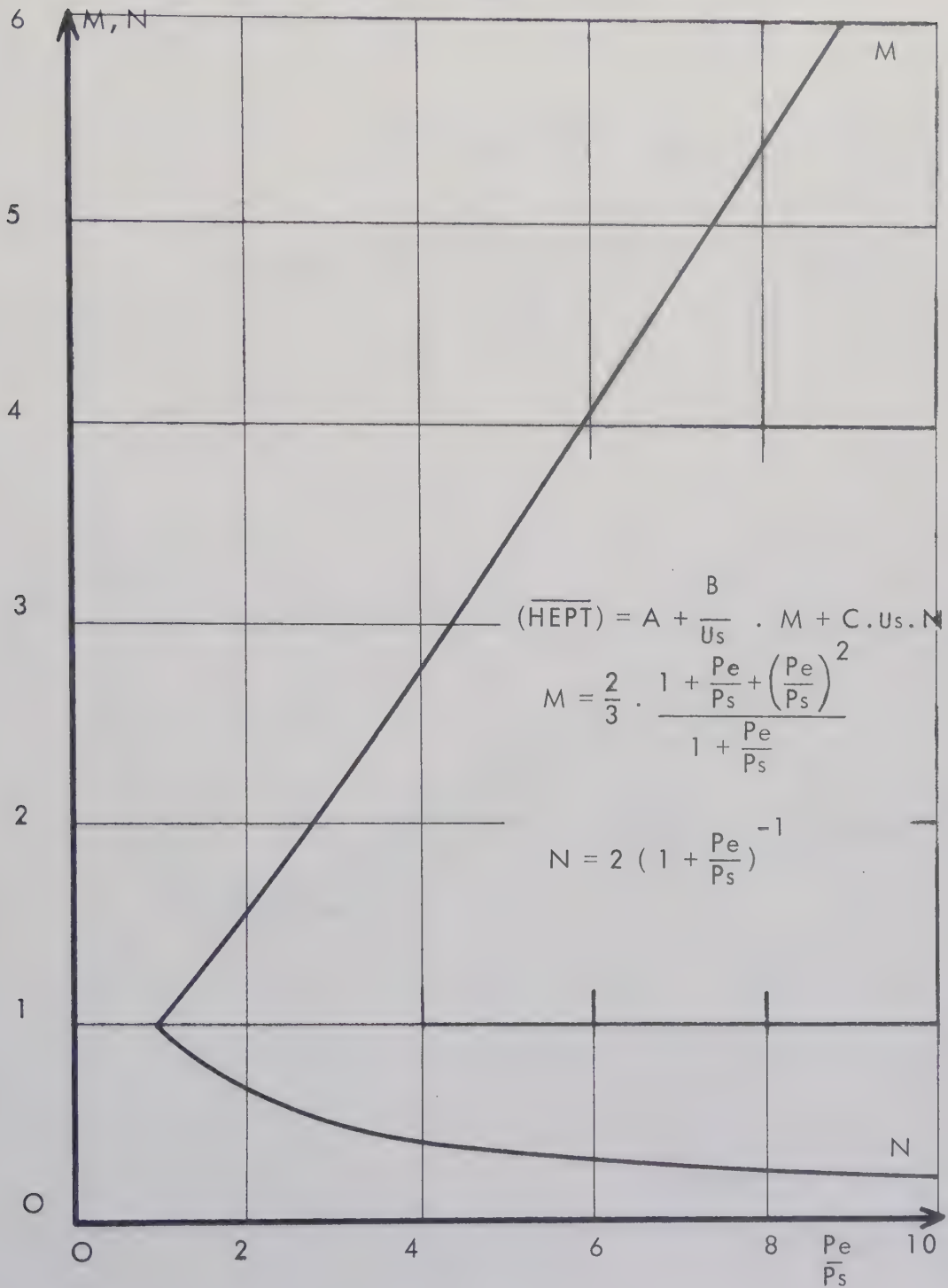


Figure 38

Variation de $(\overline{\text{HEPT}})$ moyenne avec la vitesse
linéaire du gaz vecteur

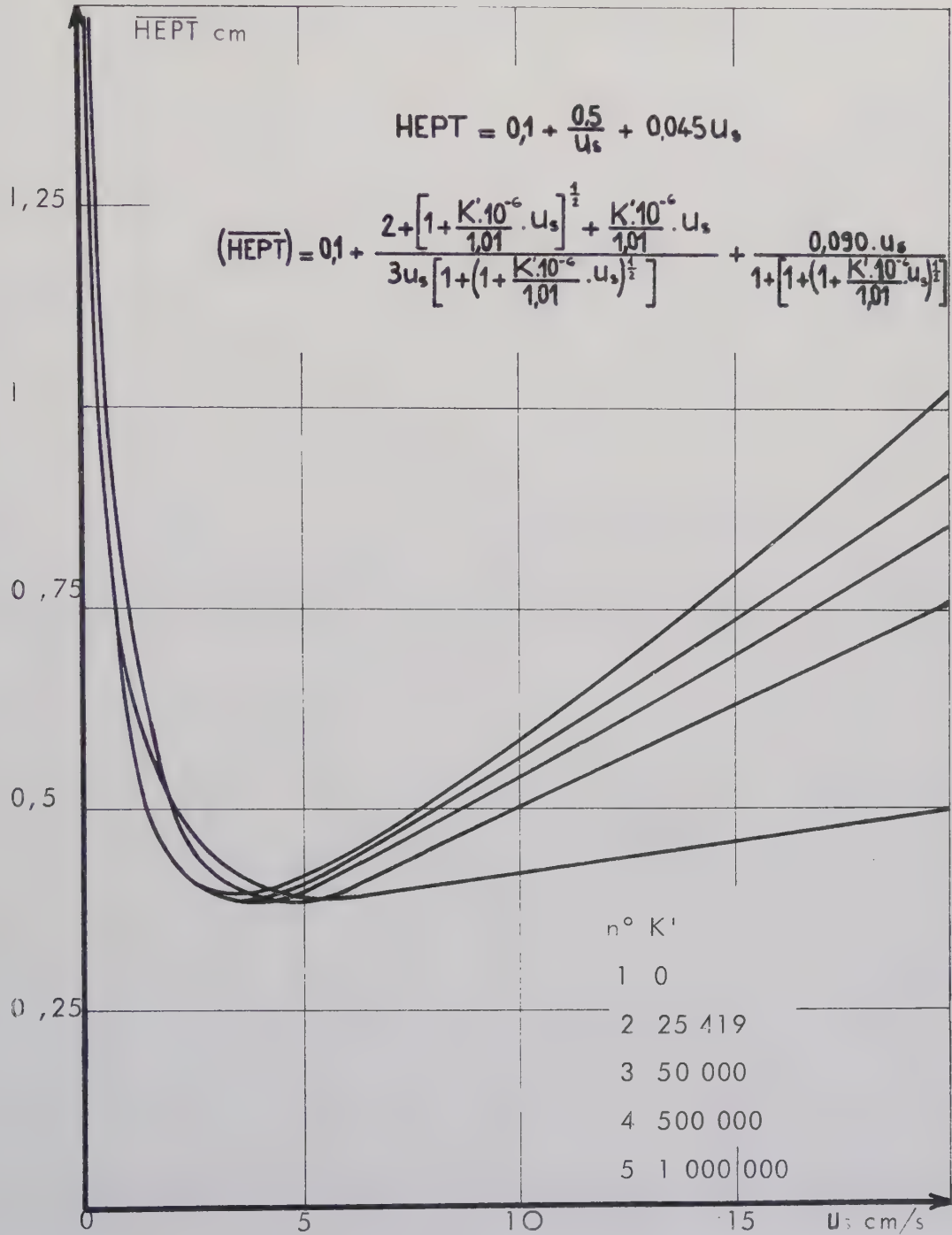


Figure 39

Variation de HEPT avec la vitesse
linéaire de 2 gaz vecteurs = H_2 et N_2

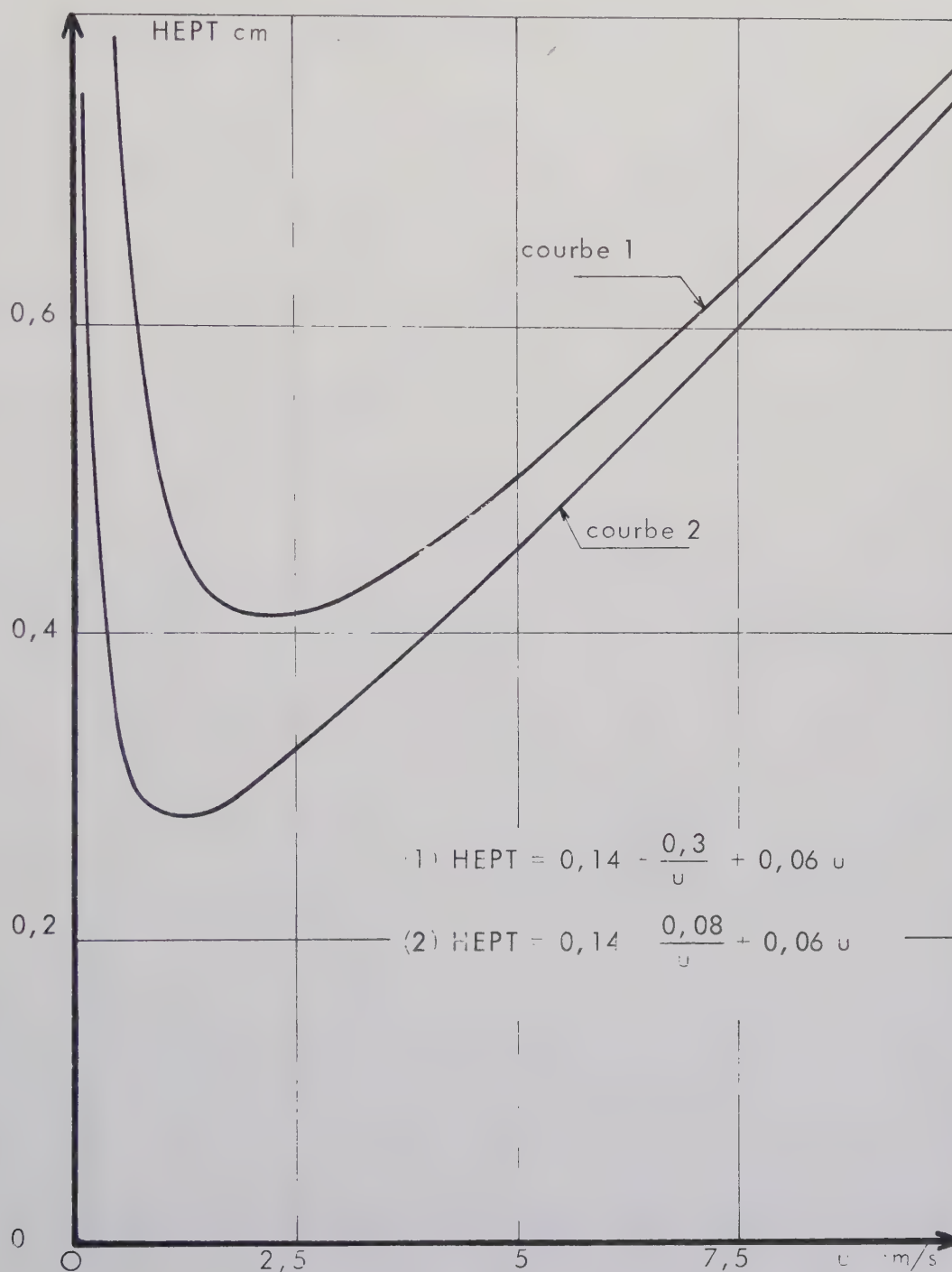


Figure 40

Variation du volume d'azote liquide adsorbé
en fonction de la pression relative

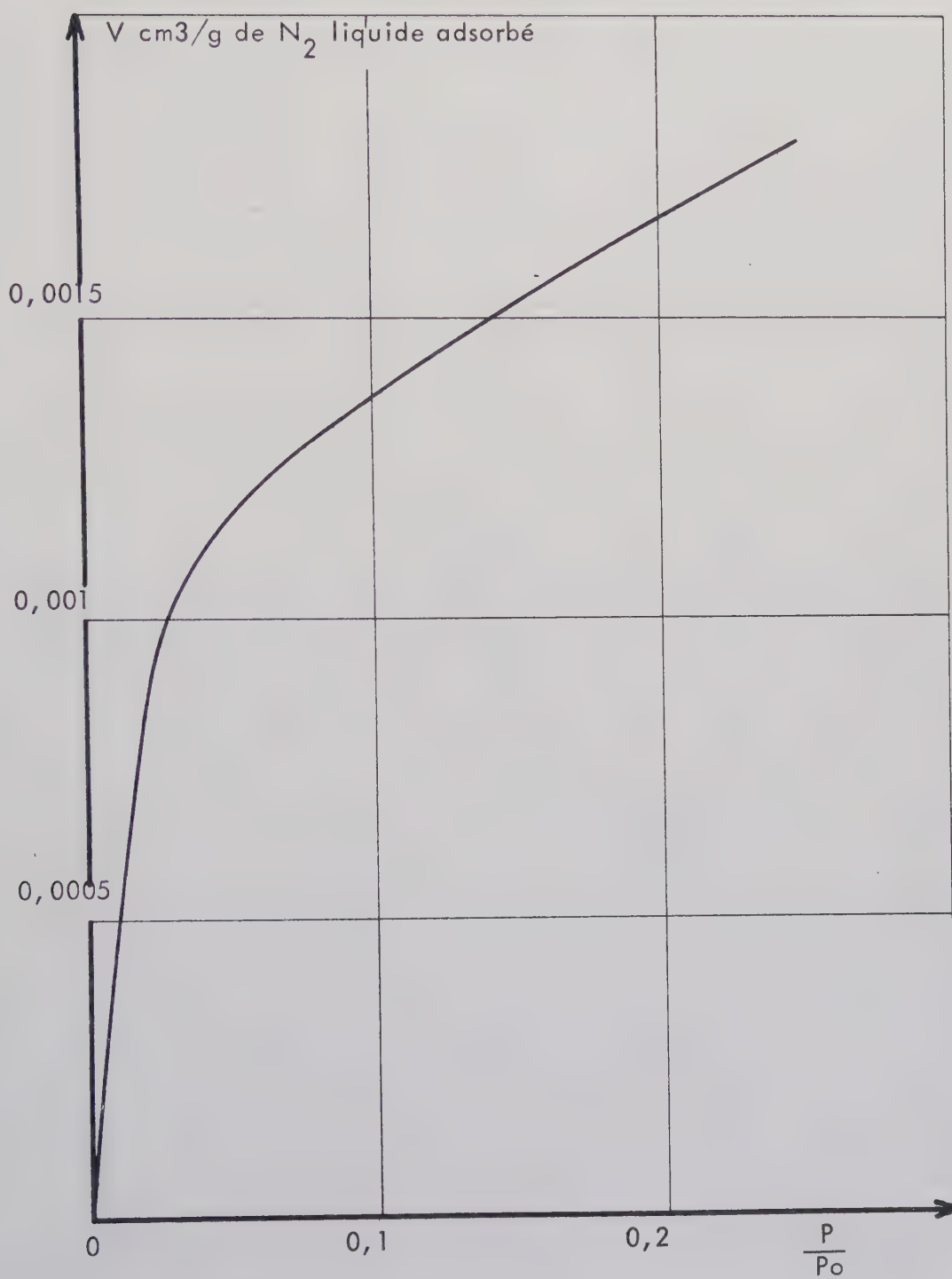


Figure 41

Répartition granulométrique du chromosorb P 30-60 mesh

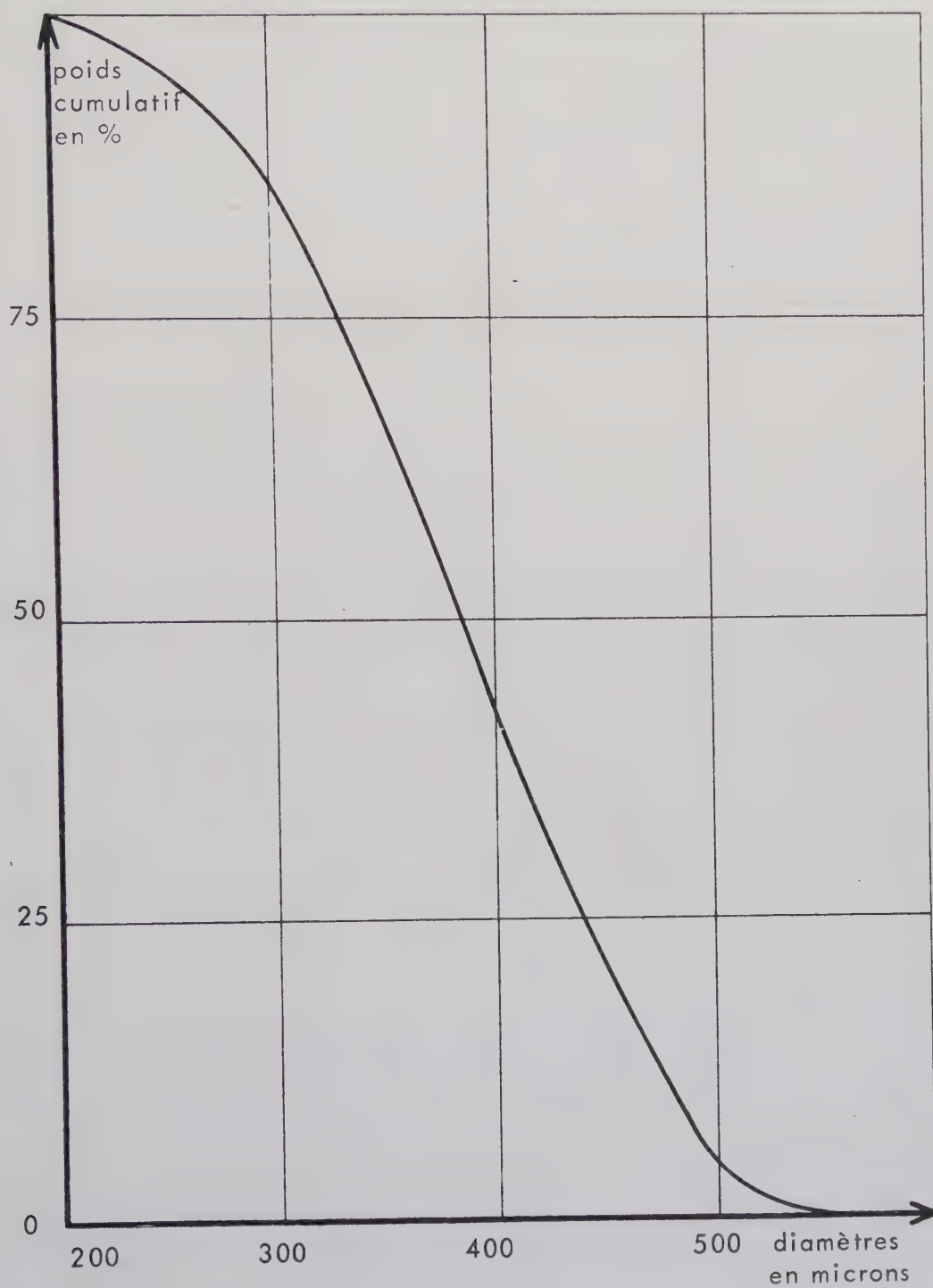


Figure 42

Répartition granulométrique du chromosorb P 60-80 mesh

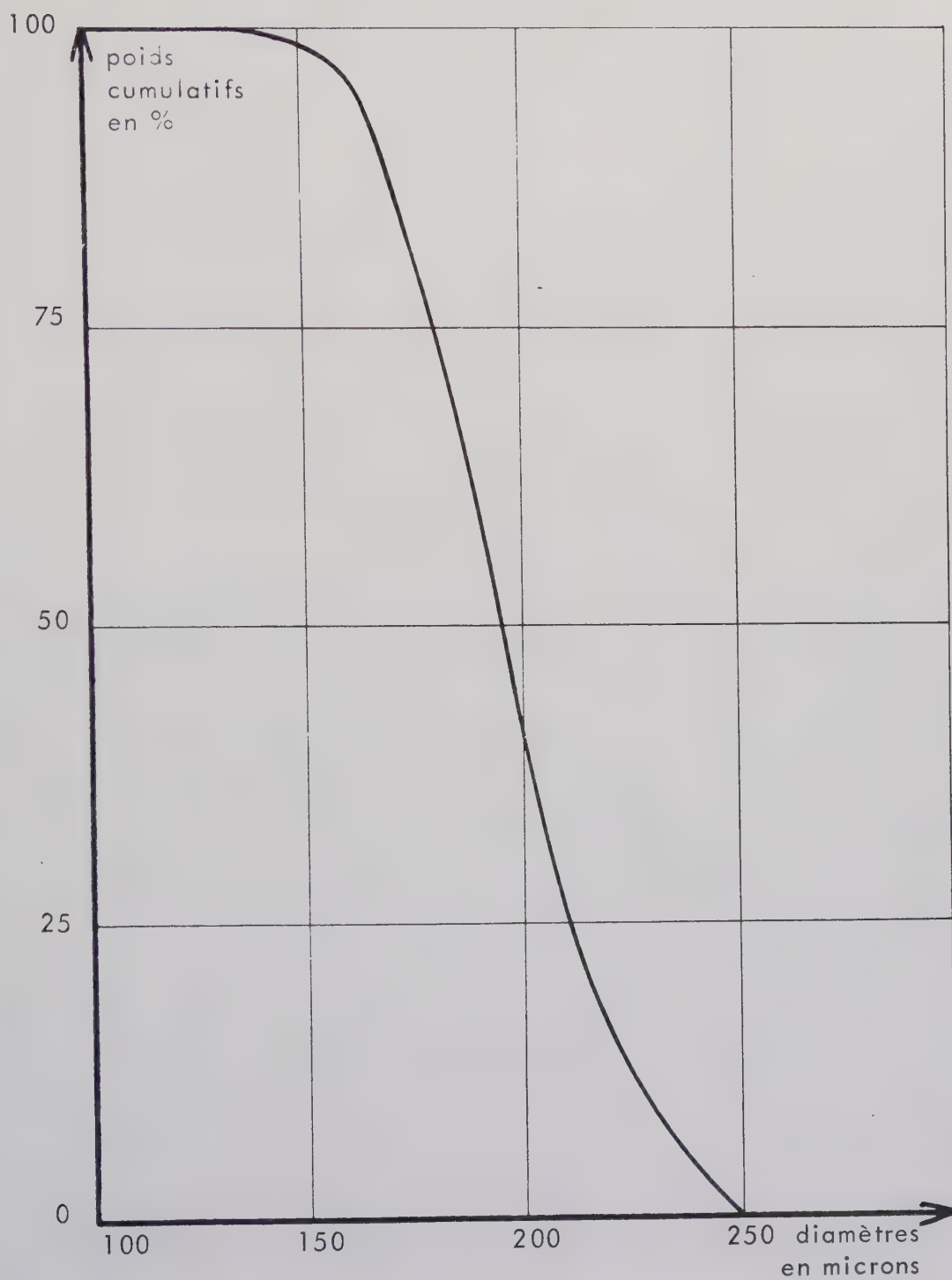


Figure 43

Répartition granulométrique du chromosorb P 80-100 mesh

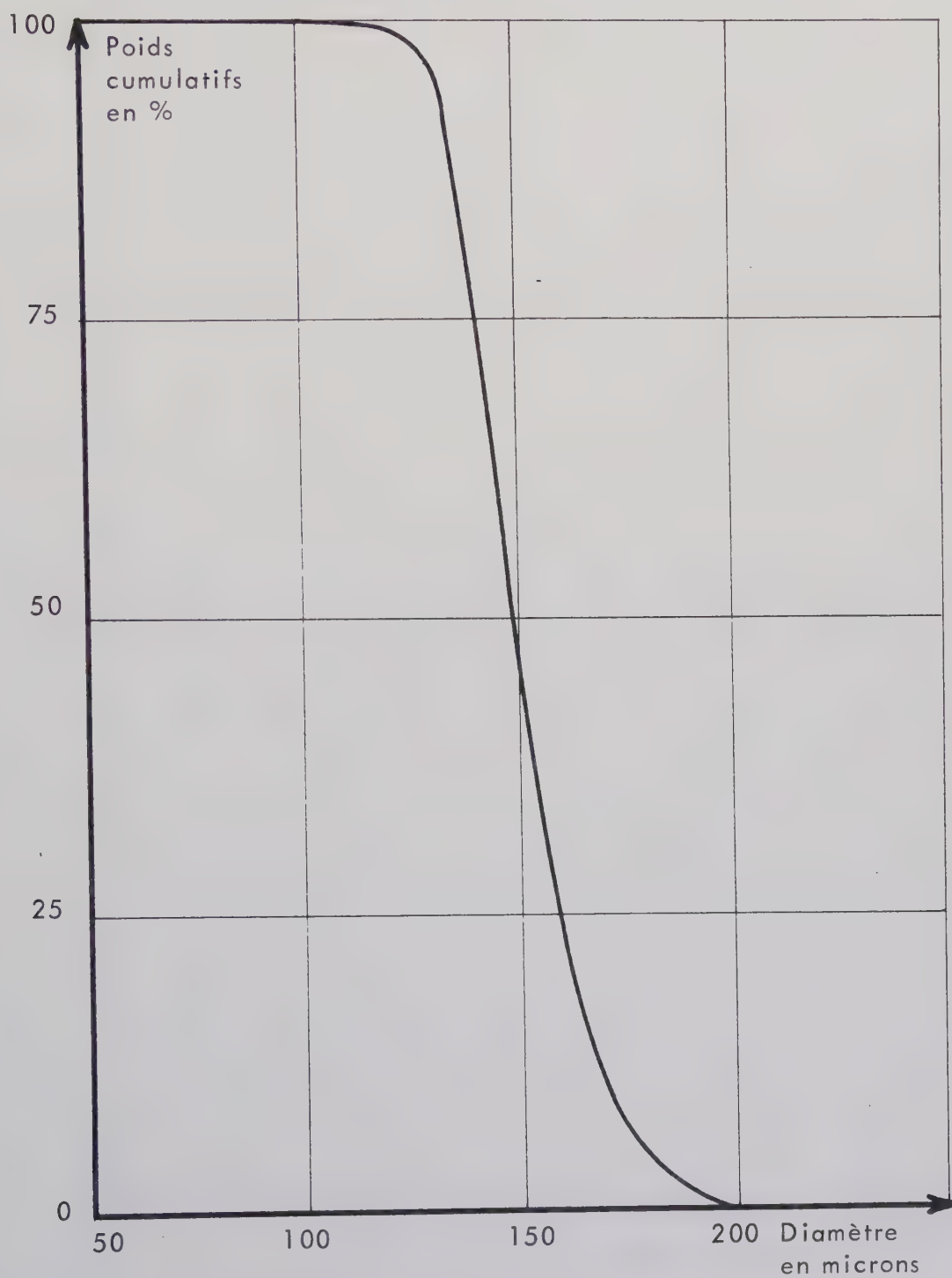


Figure 44

Variation de la perméabilité avec le carré
du diamètre des grains

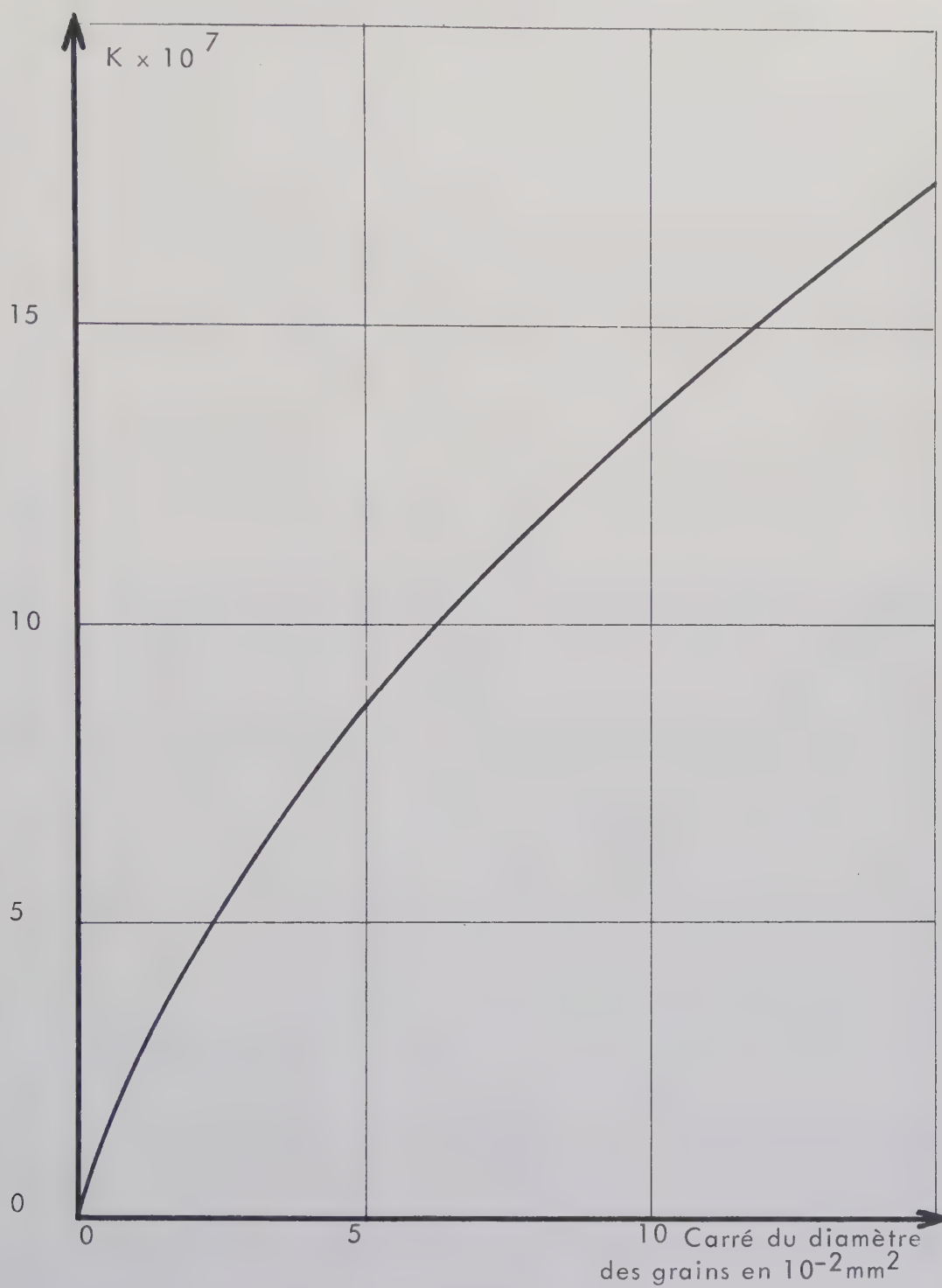


Figure 45

Variation de HEPT en fonction de la quantité injectée.
Hydrocarbure = n-hexane

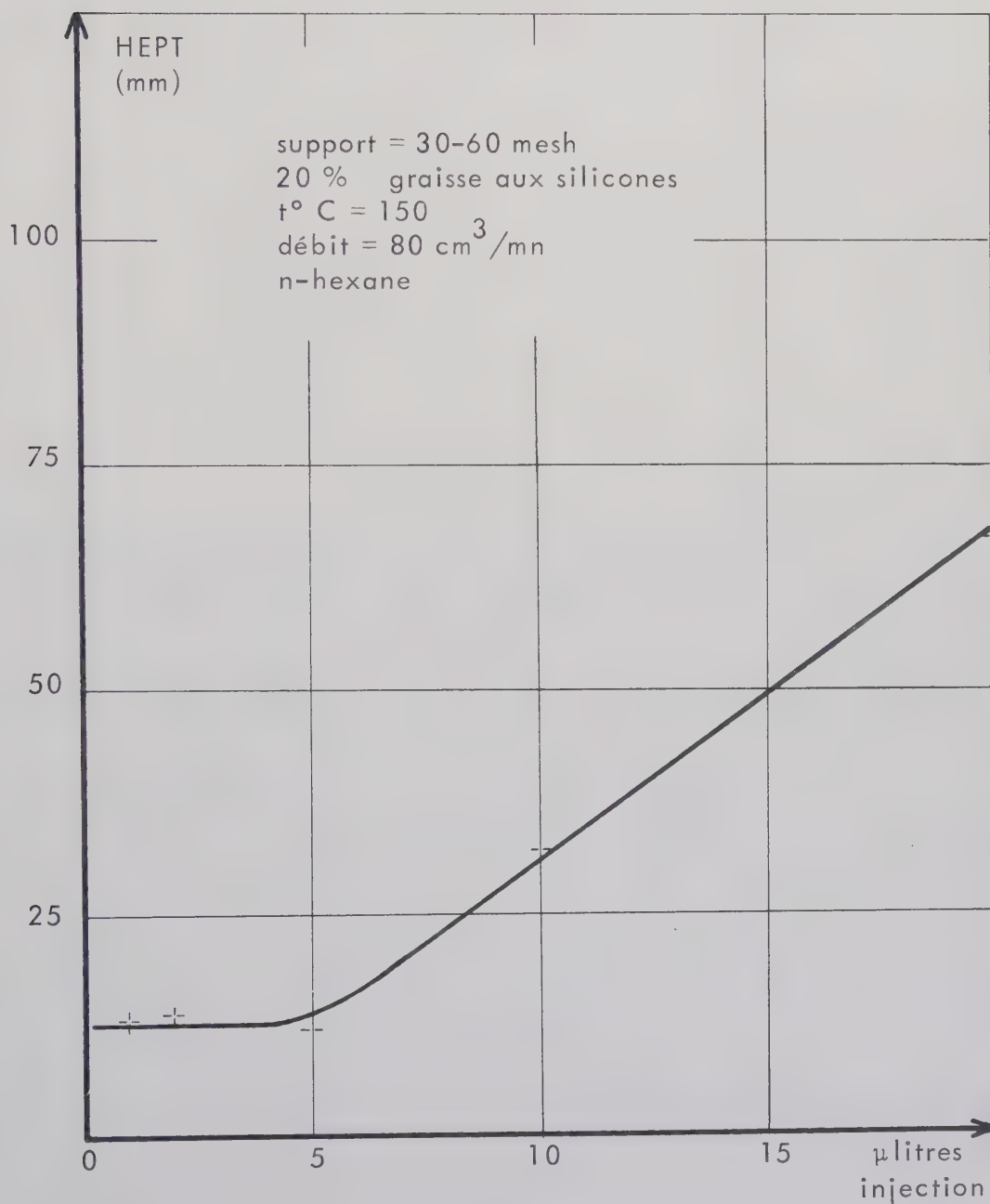


Figure 46

Variation de HEPT en fonction de la quantité injectée.
Hydrocarbures = n-nonane, n-décane, n-dodécane.

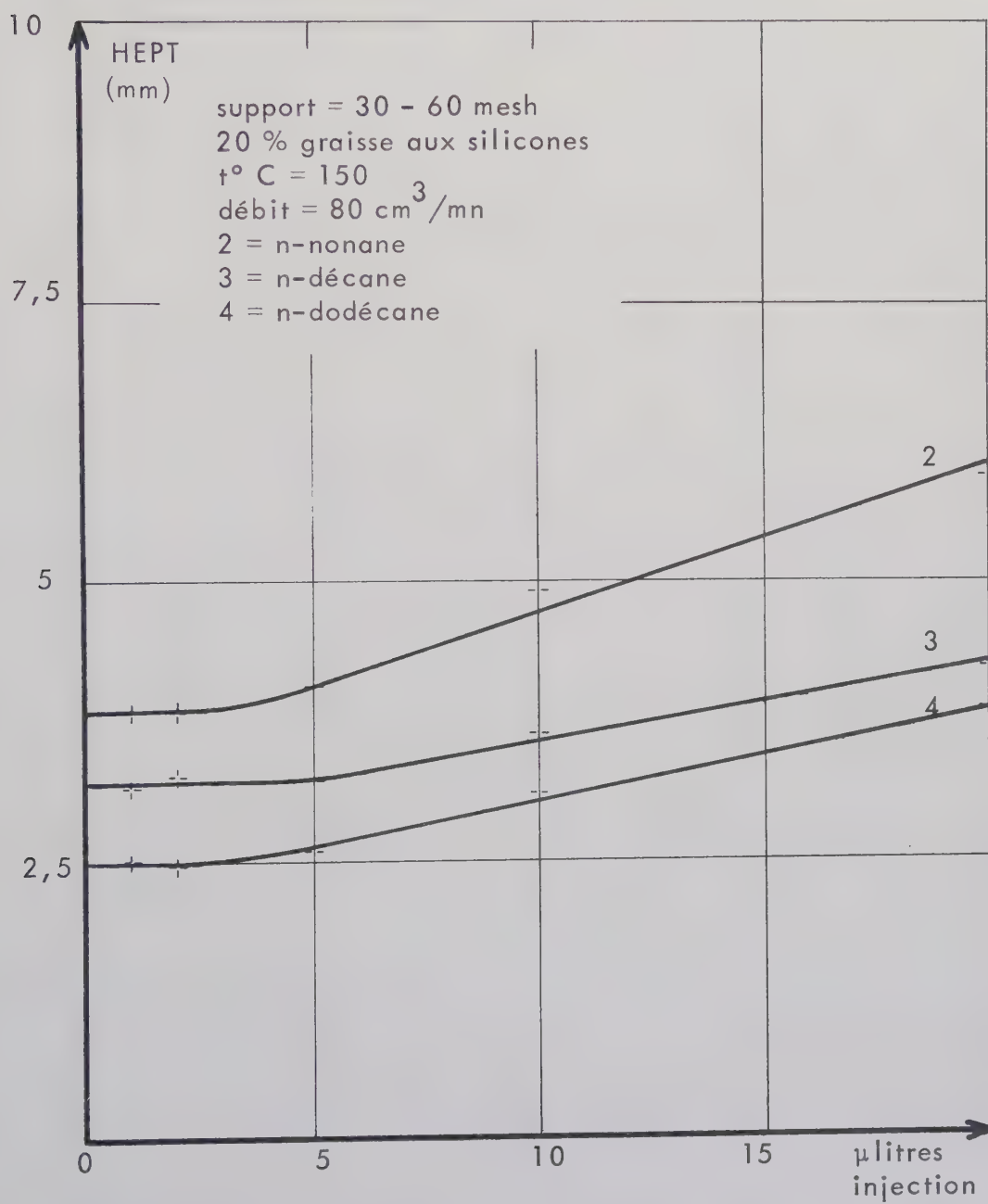


Figure 47

Variation de HEPT en fonction du débit de gaz vecteur

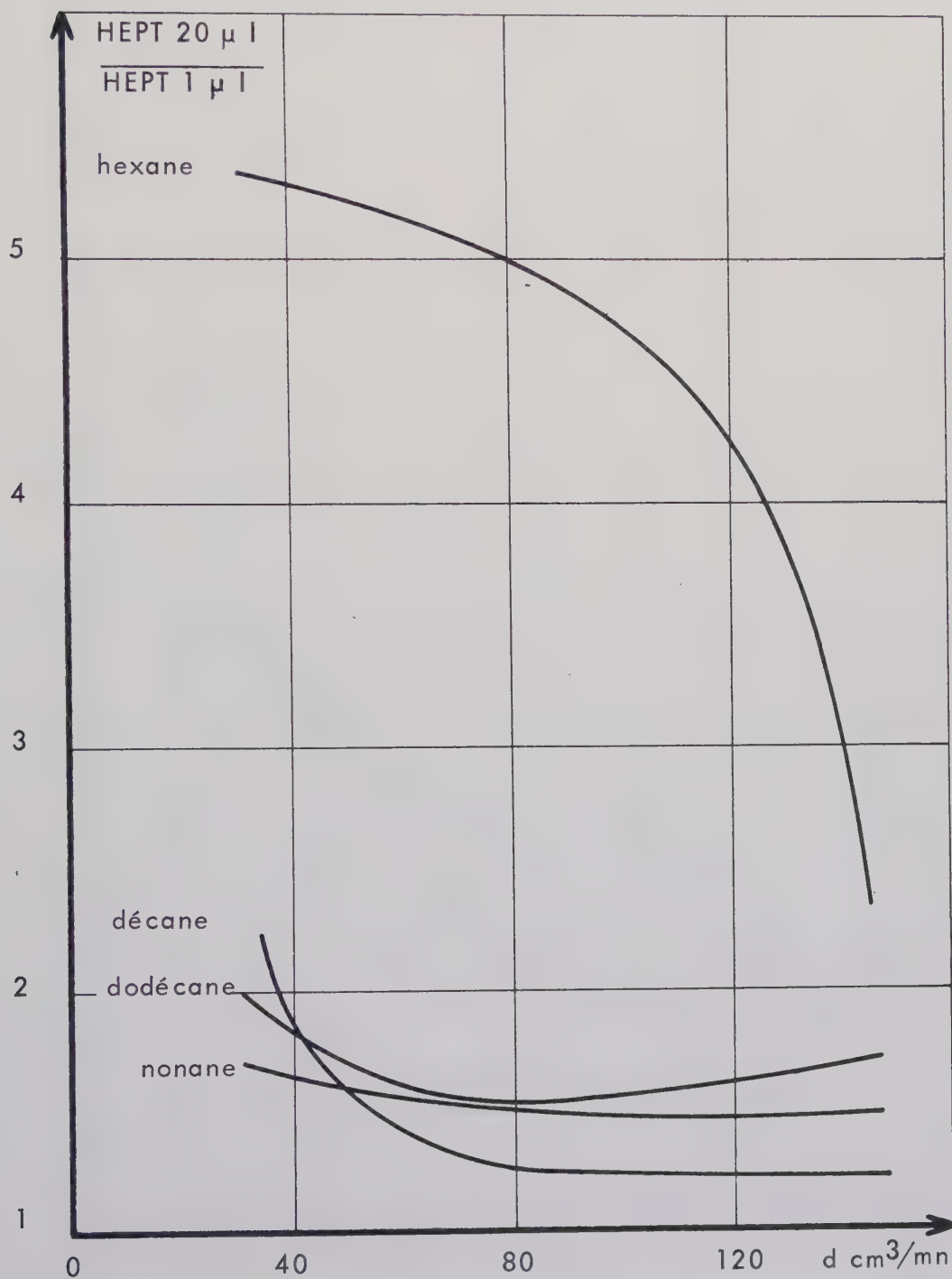


Figure 48

Variation de HEPT en fonction de la nature du soluté

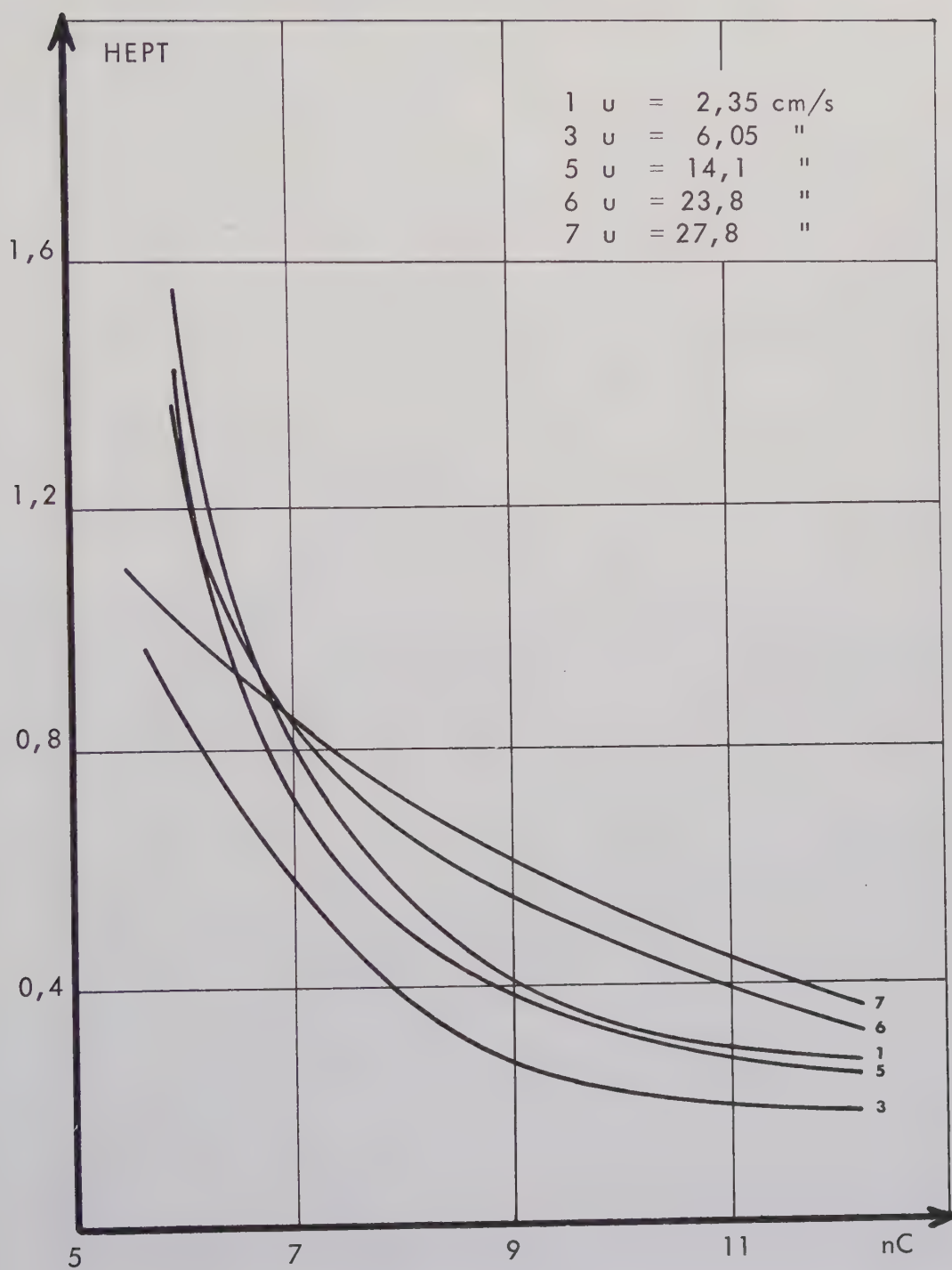


Figure 49

Isothermes d'adsorption de l'azote par
4 phases stationnaires.

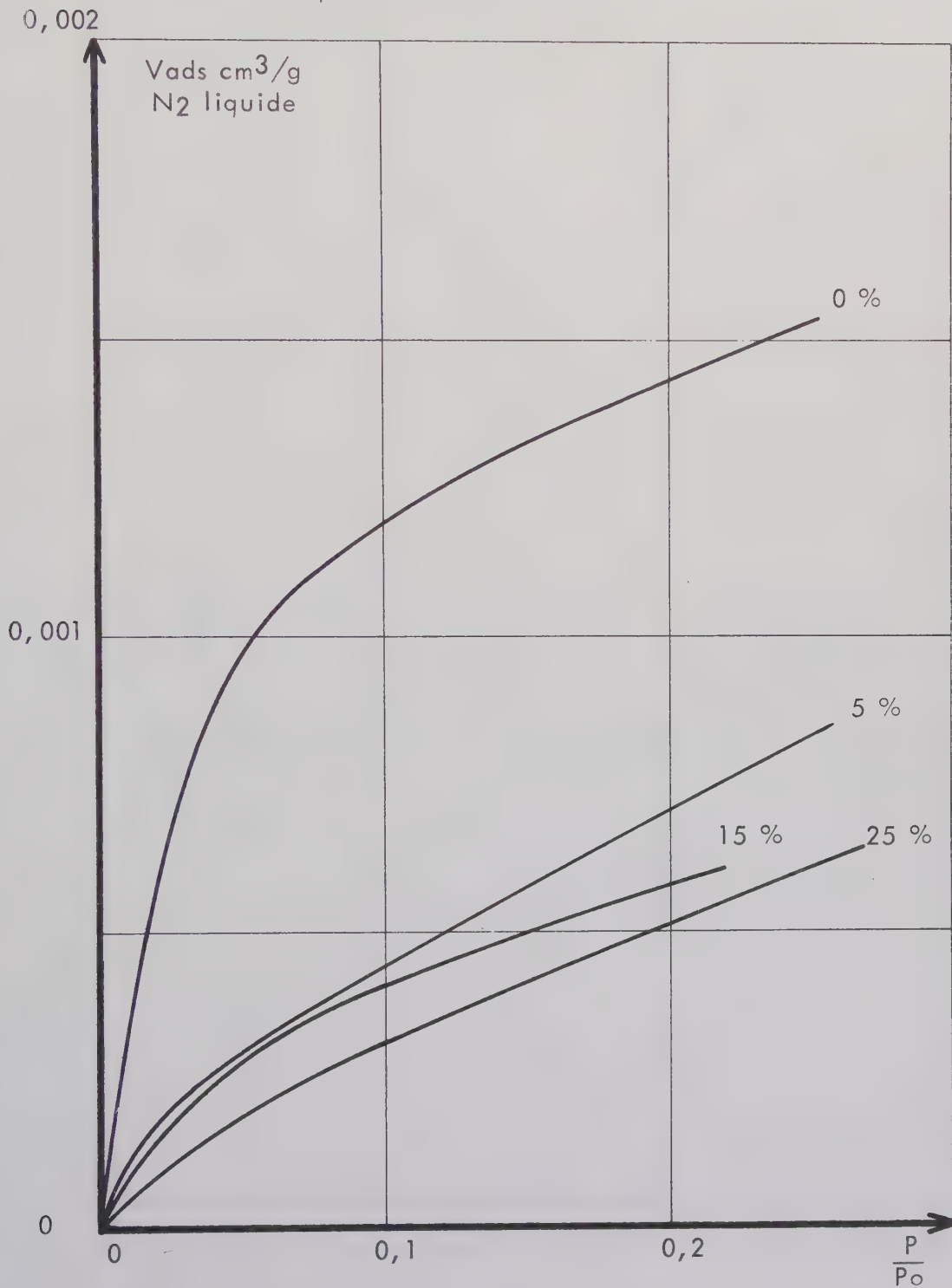


Figure 50

Variation de HEPT avec la vitesse du gaz
Phase stationnaire 5 %

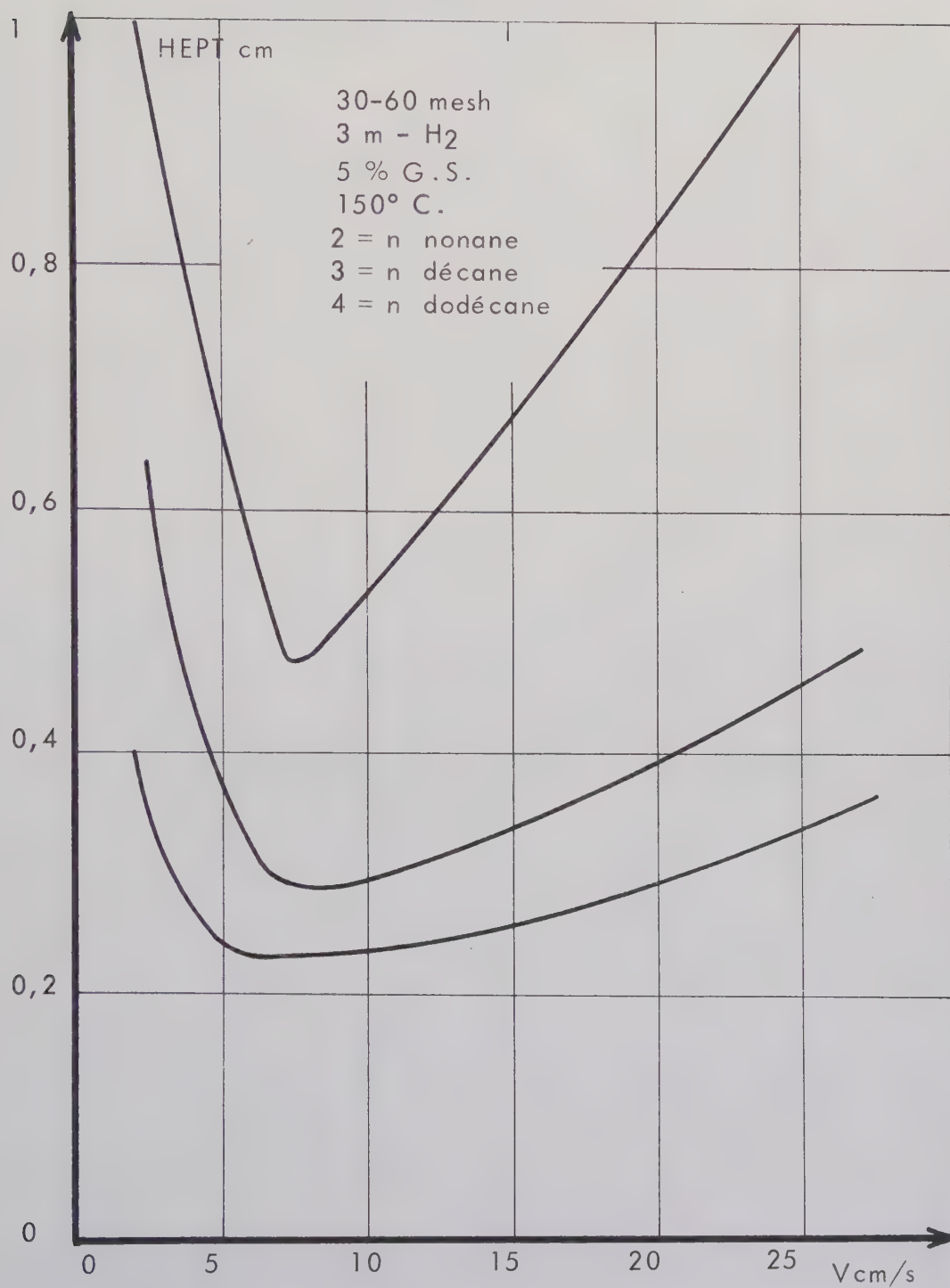


Figure 51

Variation de HEPT avec la vitesse du gaz
Phase stationnaire 15 %

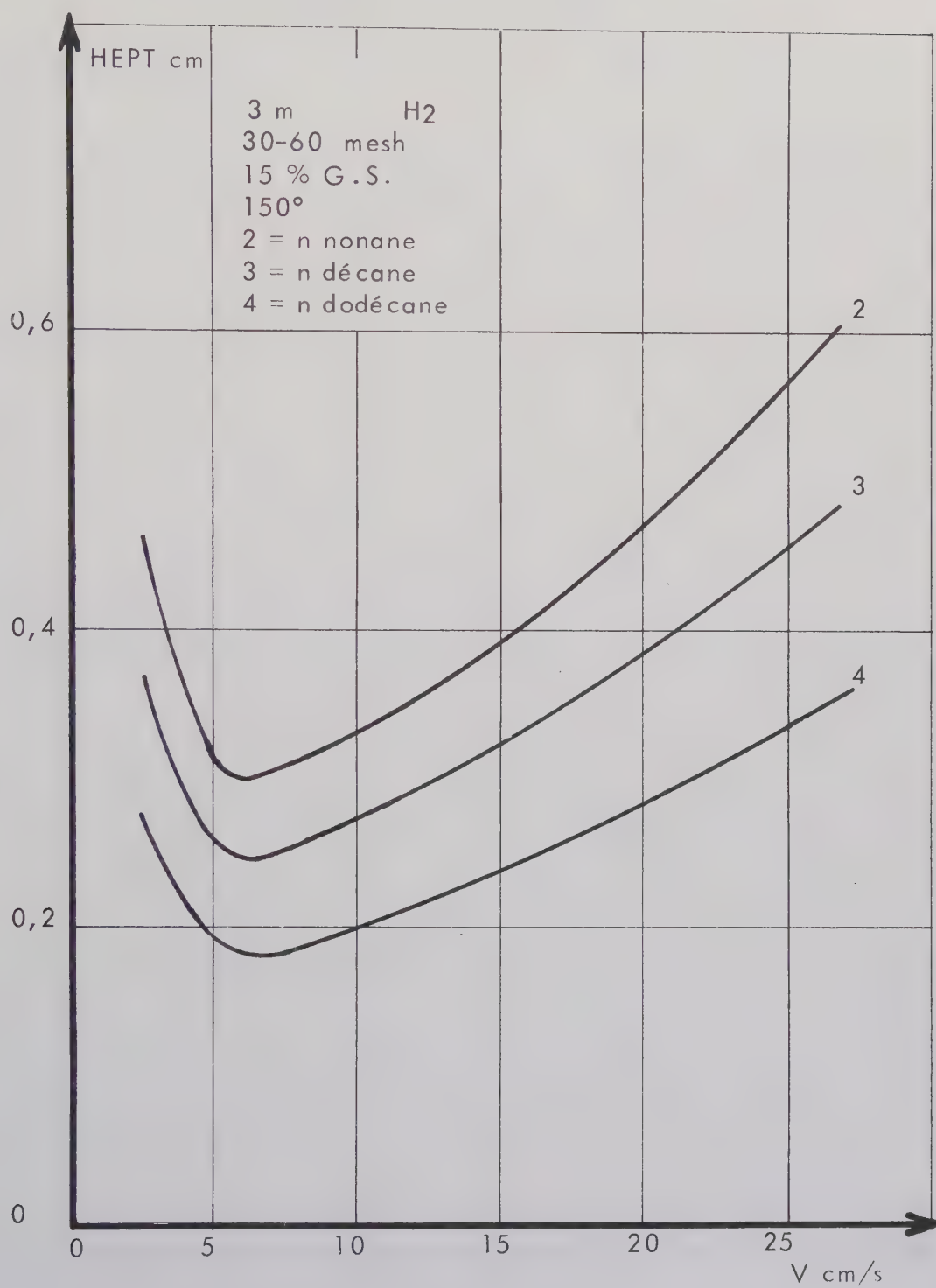


Figure 52

Variation de HEPT avec la vitesse du gaz
Phase stationnaire 20 %

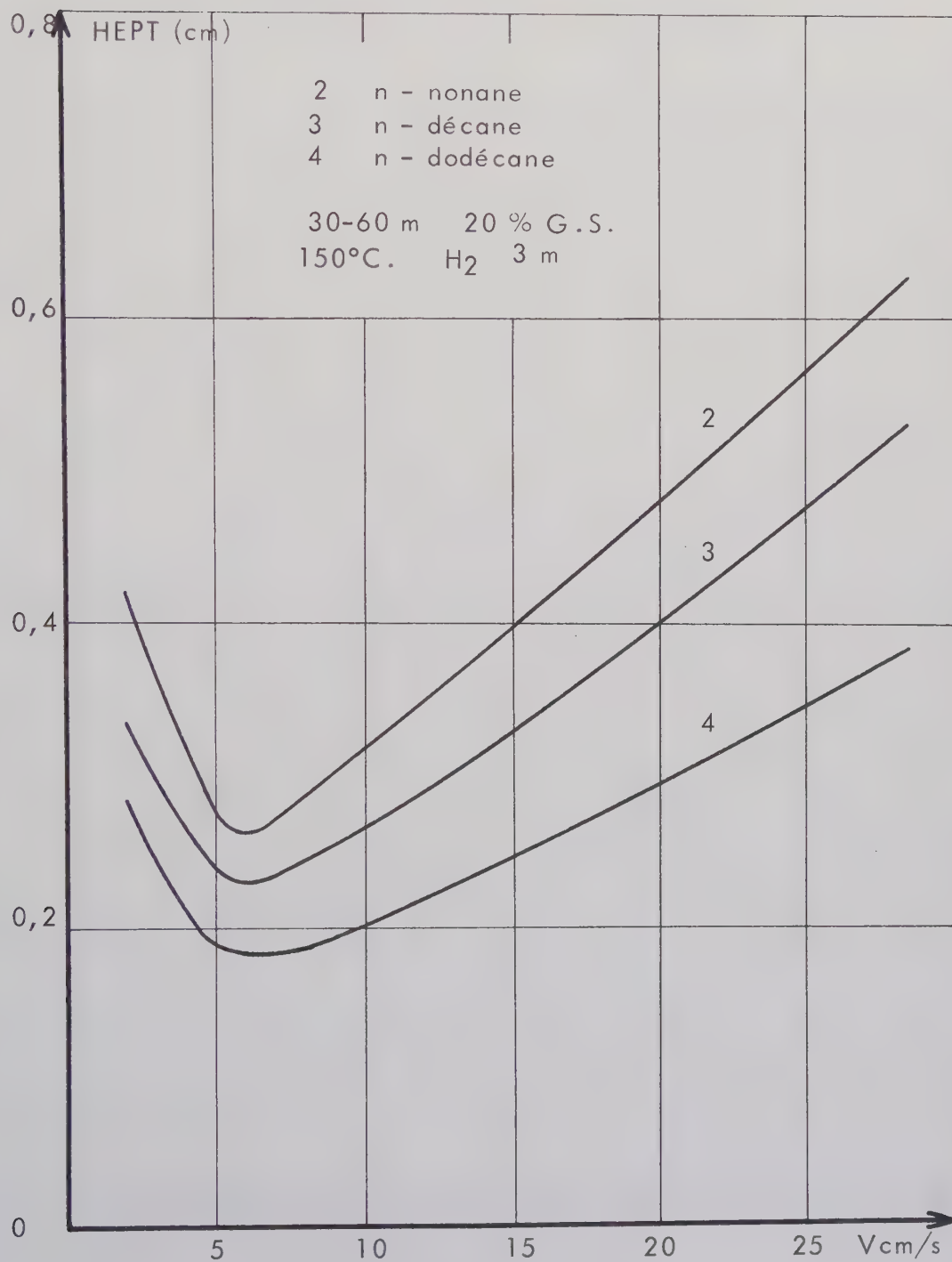


Figure 53

Variation de HEPT avec la vitesse du gaz.
Phase stationnaire = 25 %

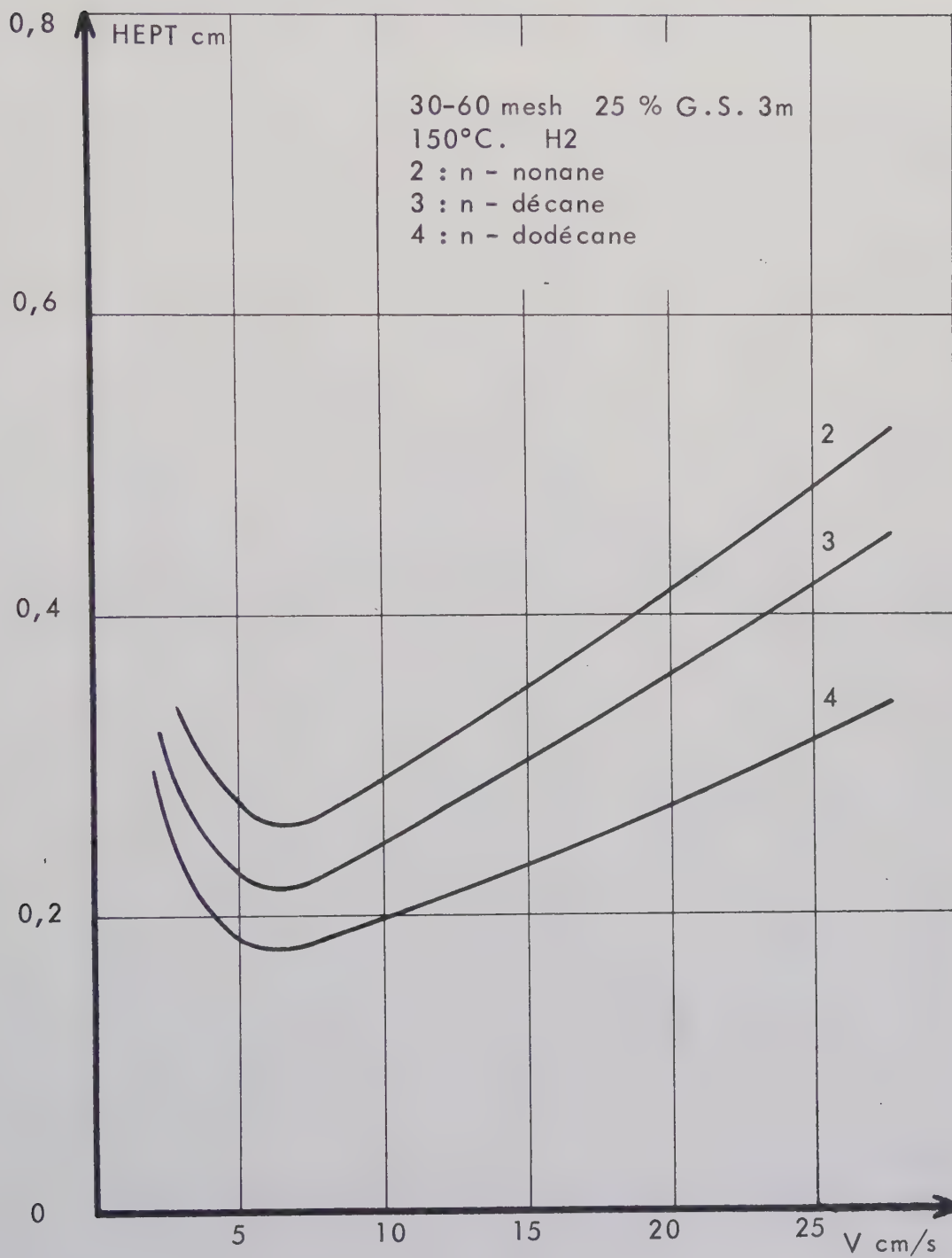


Figure 54

Schéma de la colonne durant la chromatographie avec variation de débit

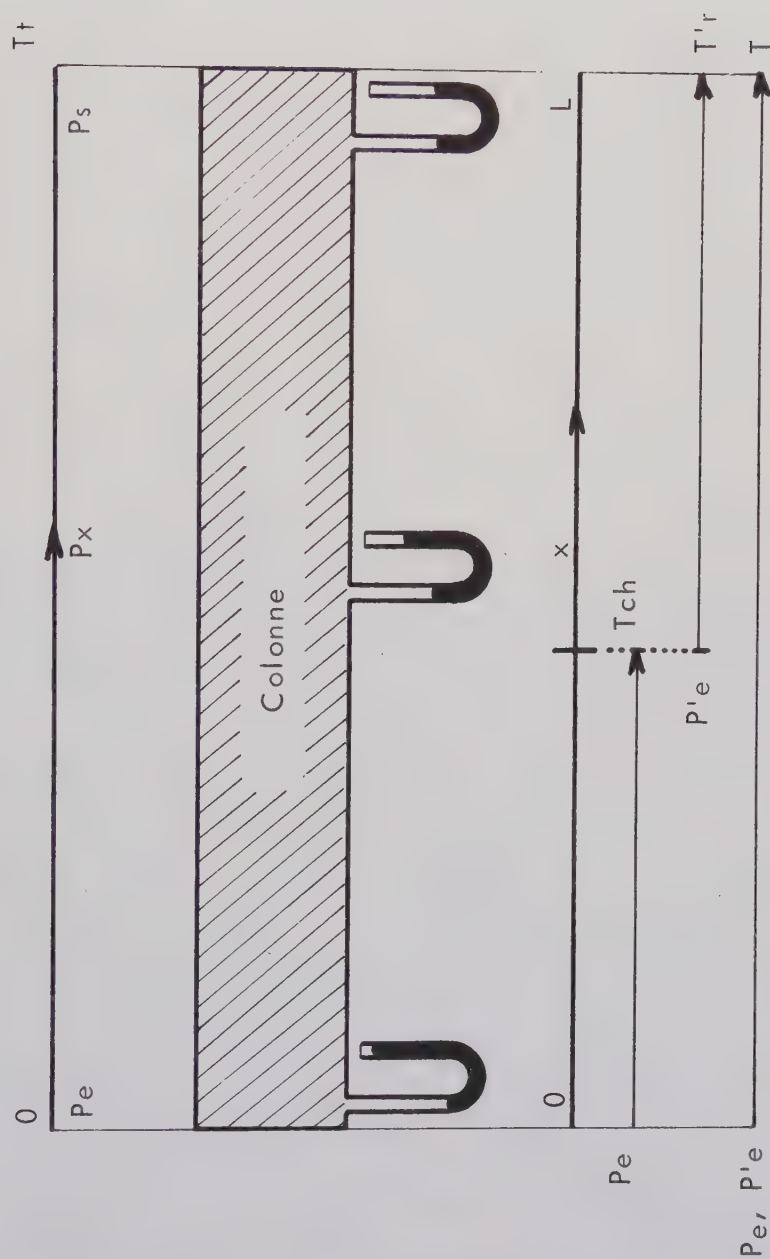


Figure 55

Chromatographie avec variation de débit $\frac{T'_r}{T_r} = f \left(\frac{T_{ch}}{T_r} \right)$
 avec $P_e = 1,095 \text{ atm.}$

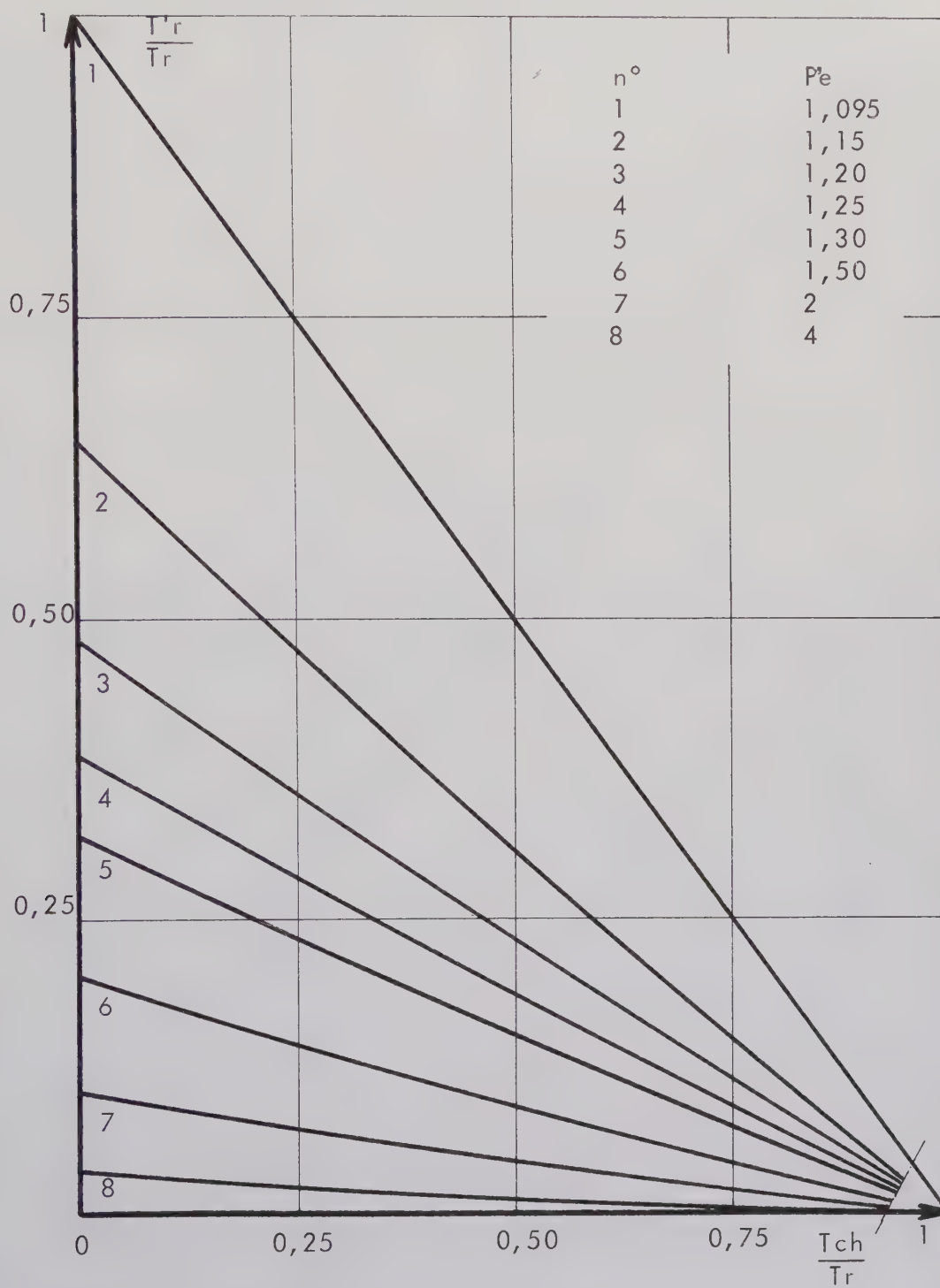


Figure 56

Chromatographie avec variation de débit $\frac{T}{T_i} = f\left(\frac{T_{ch}}{T_r}\right)$
 avec $P_e = 1,095 \text{ atm. } T_r$

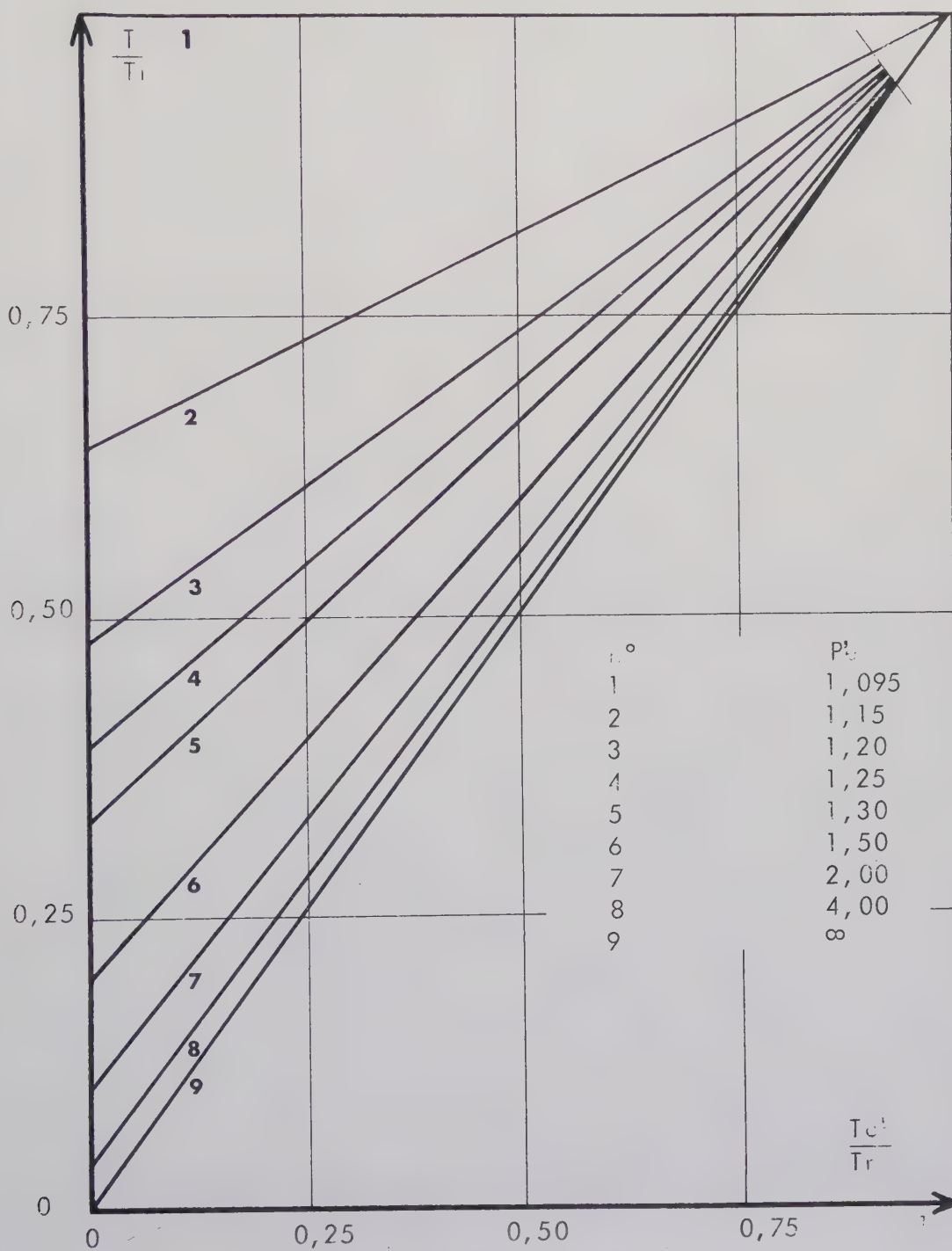


Figure 57

Chromatographie avec changement de débit

$$\frac{T'_{r}}{T_r} = f \left(\frac{T_{ch}}{T_r} \right) \text{ avec } P_e = 1,14 \text{ atm.}$$

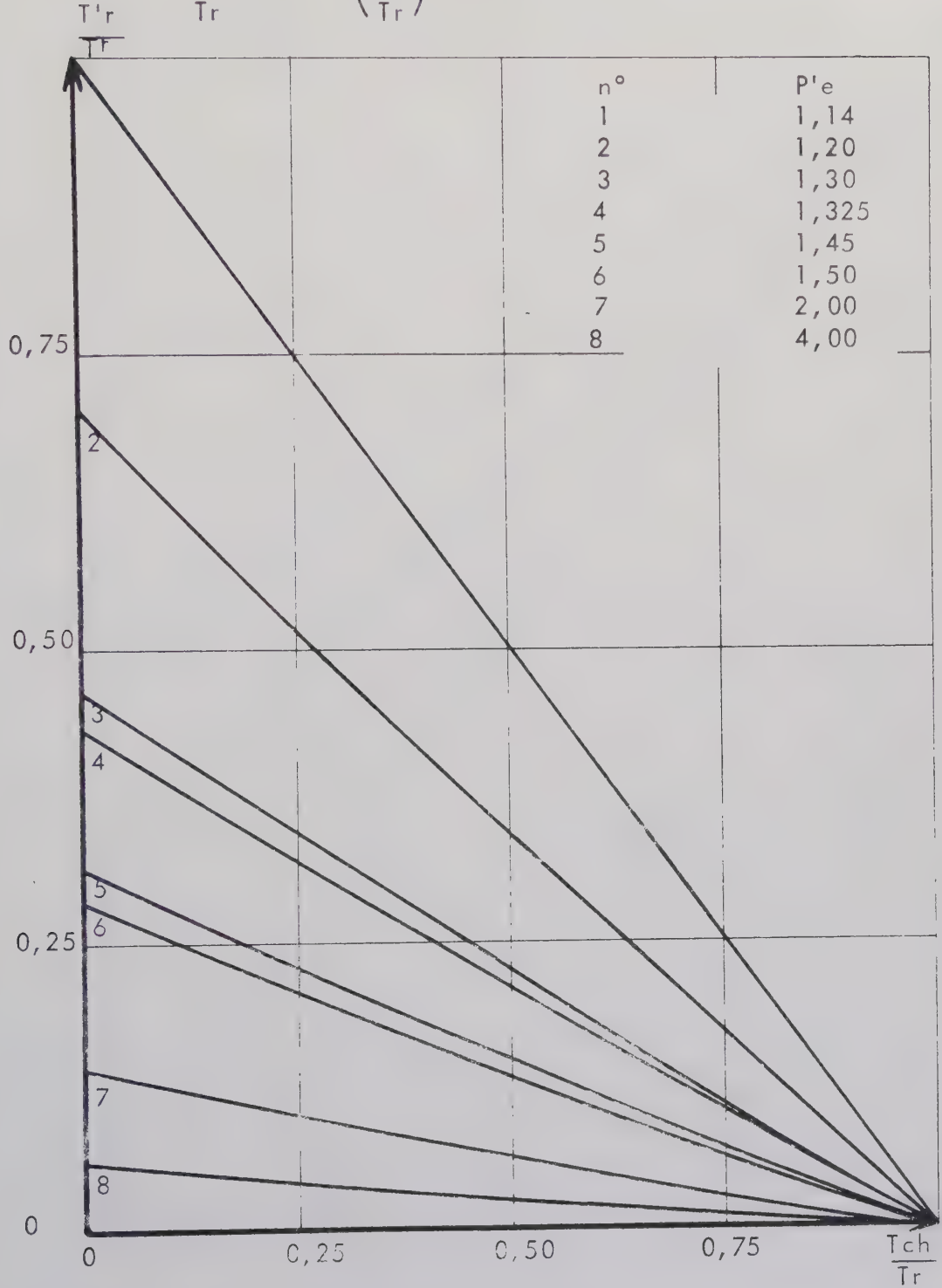


Figure 58

Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $Pe = 1,14 \text{ atm.}$

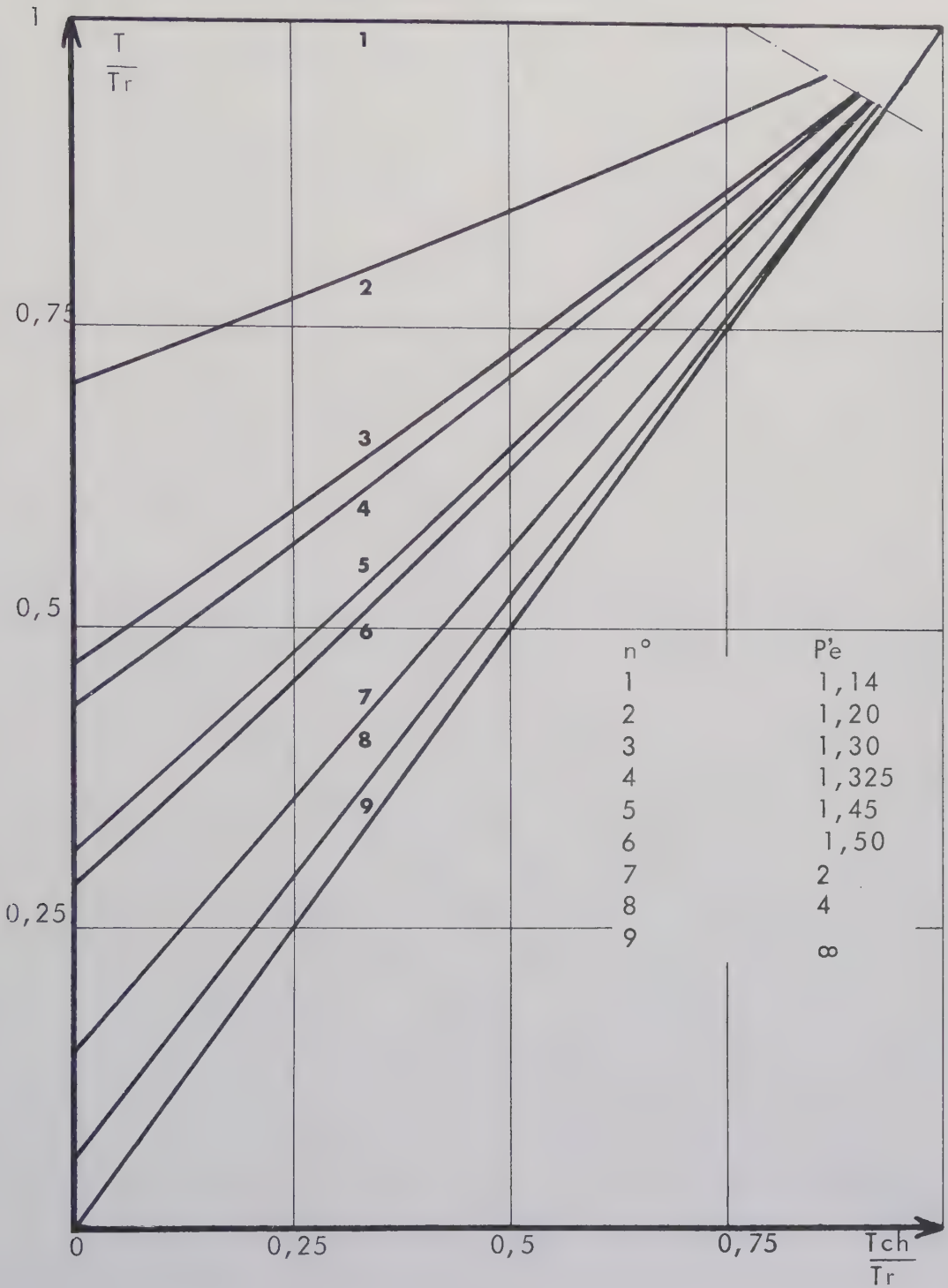


Figure 59

Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $P_e = 2 \text{ atm}$.

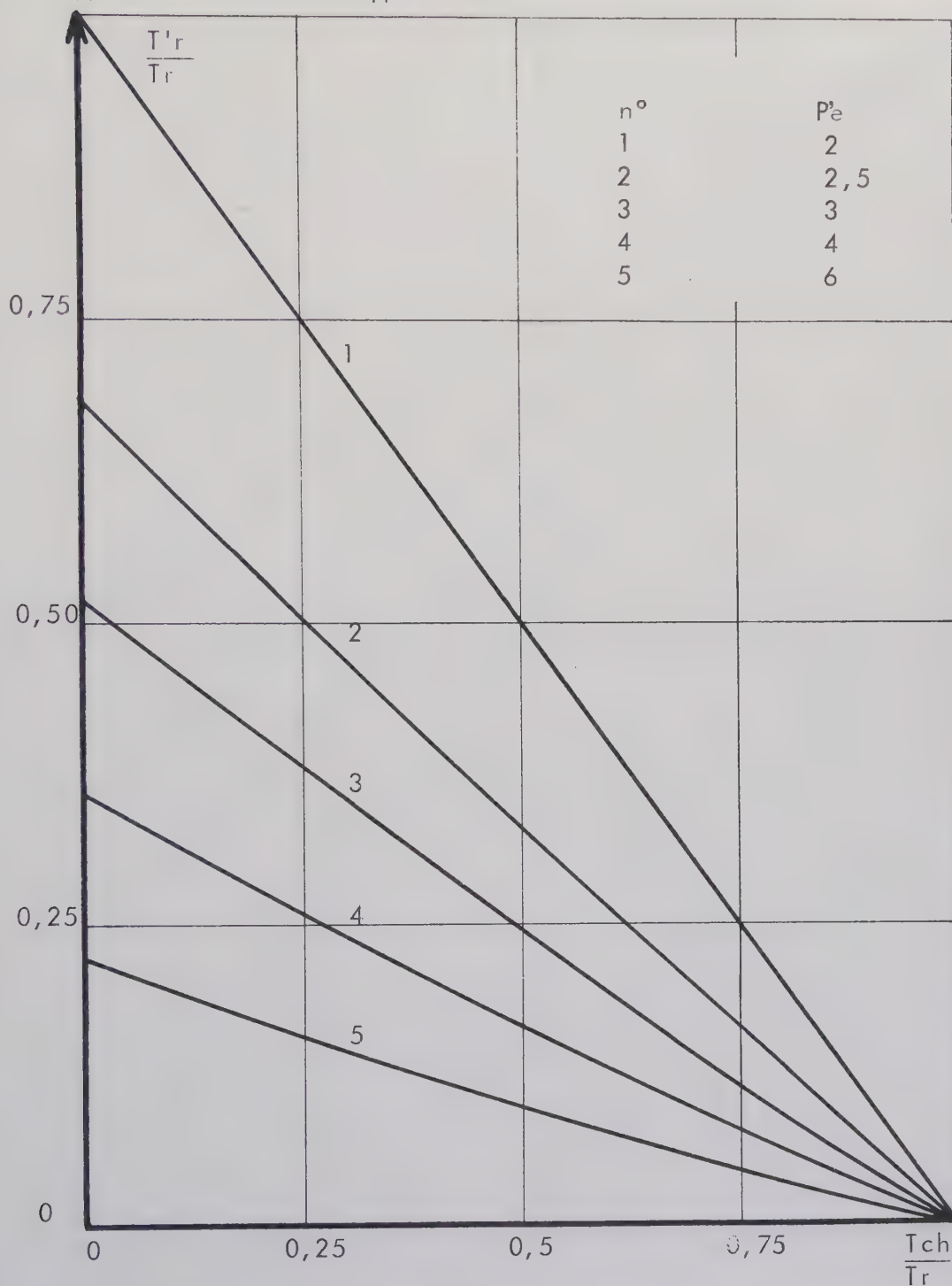


Figure 60

Chromatographie avec variation de débit
avec $P_e = 2 \text{ atm.}$ $\frac{T}{T_r} = f \left(\frac{T_{ch}}{T_r} \right)$

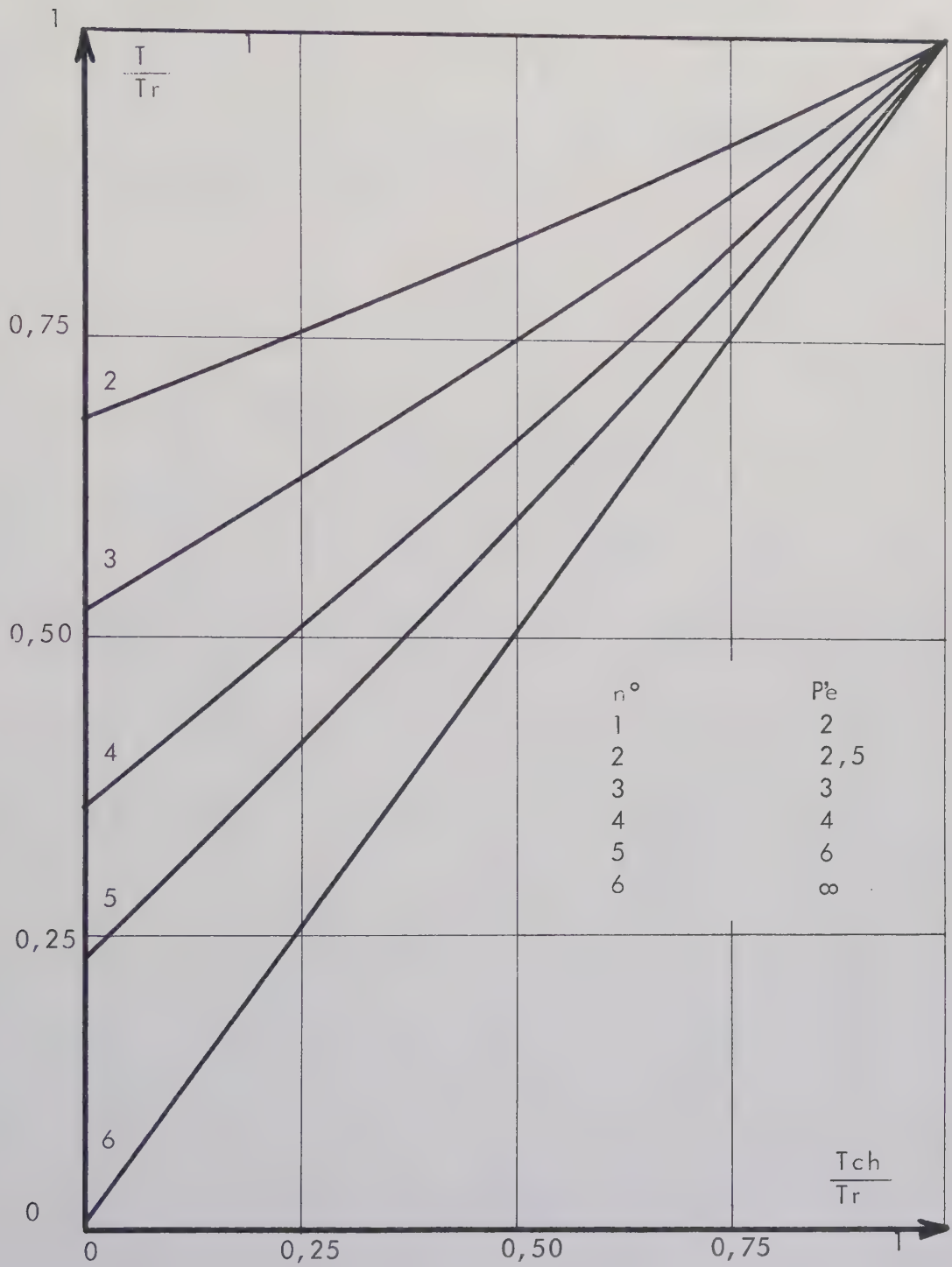


Figure 61

Description de l'appareillage nécessaire pour
la chromatographie avec changement de débit.

B = réservoir de gaz vecteur M = manomètre détenteur
R = robinet à deux voies V1 et V2 : voies 1 et 2
C = chromatographie

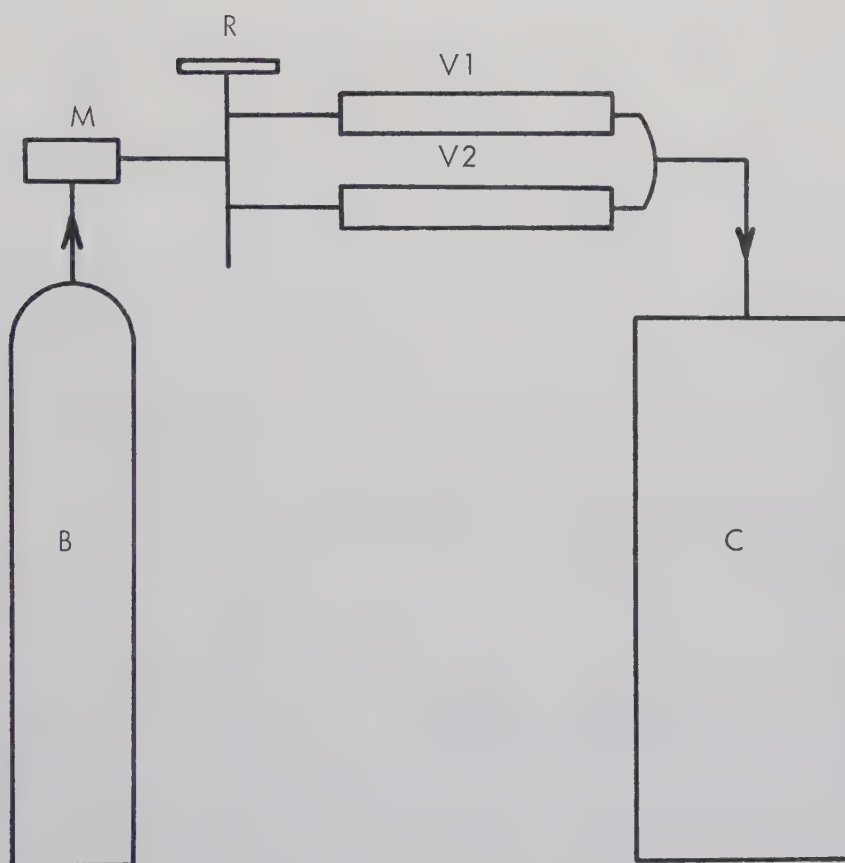


Figure 62

Chromatographie avec variation de débit des polyphényles.

- | | | |
|----------------------|------------------------------|-----------------------------|
| 1 : benzène | 4 : para-terphényle | 7 : 1.2.4.triphénylbenzène |
| 2 : ortho-terphényle | 5 : triphénylène | 8 : méta-méta-quaterphényle |
| 3 : méta-terphényle | 6 : ortho-méta-quaterphényle | 9 : méta-para-quaterphényle |
| | A : changement de débit | |

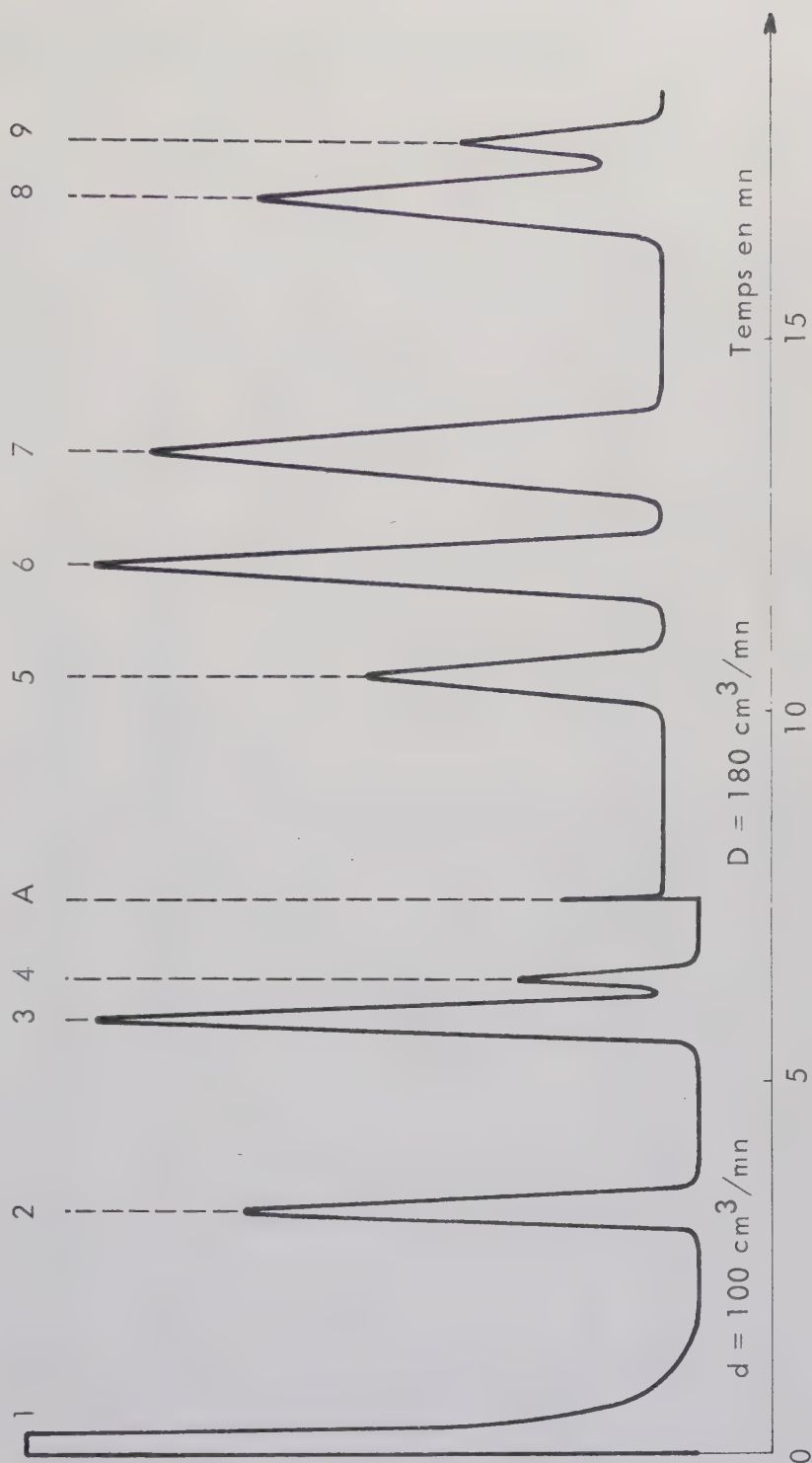


Figure 63

Chromatographie classique des alcanes

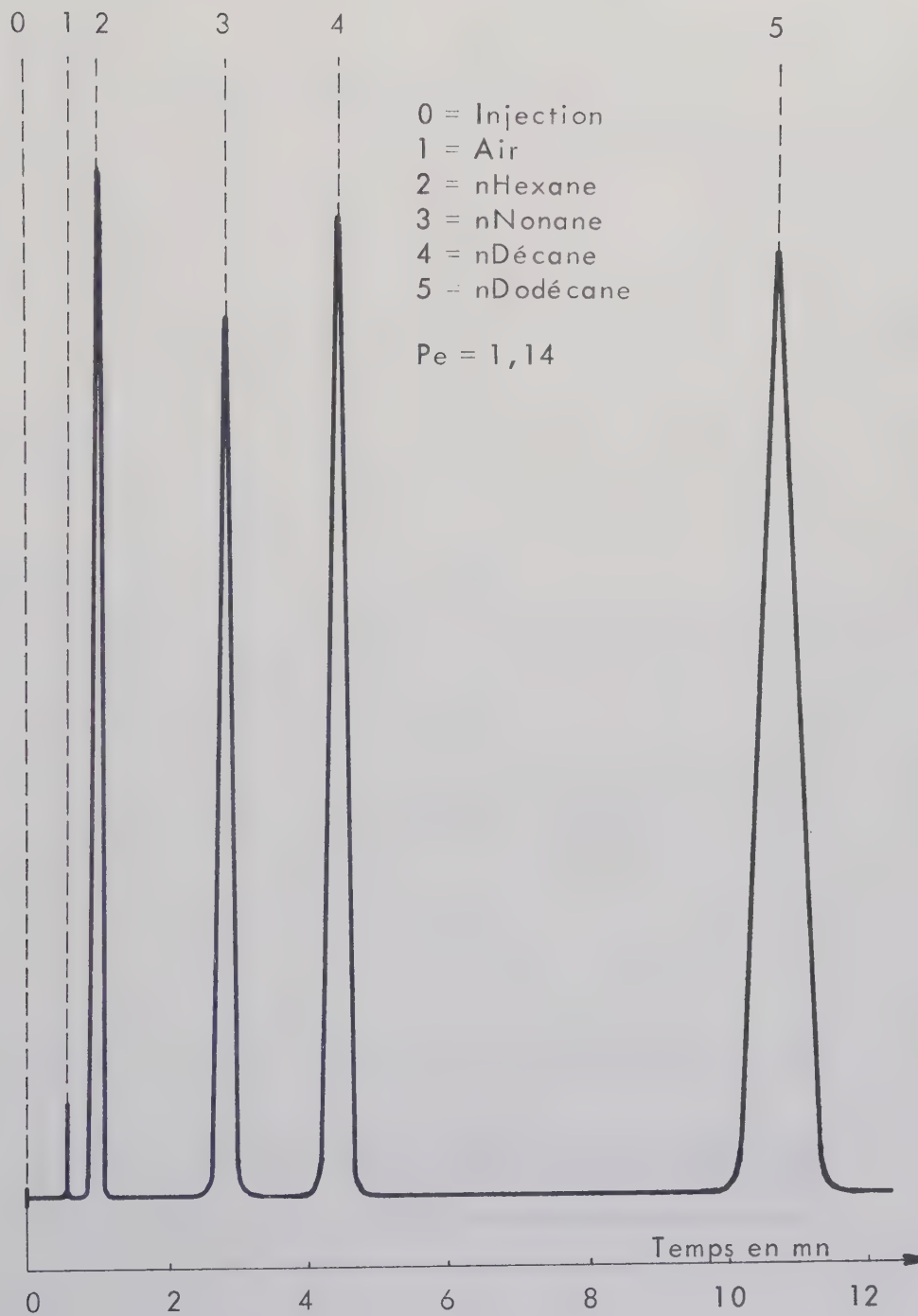


Figure 64

Chromatographie avec variation de débit des alcanes

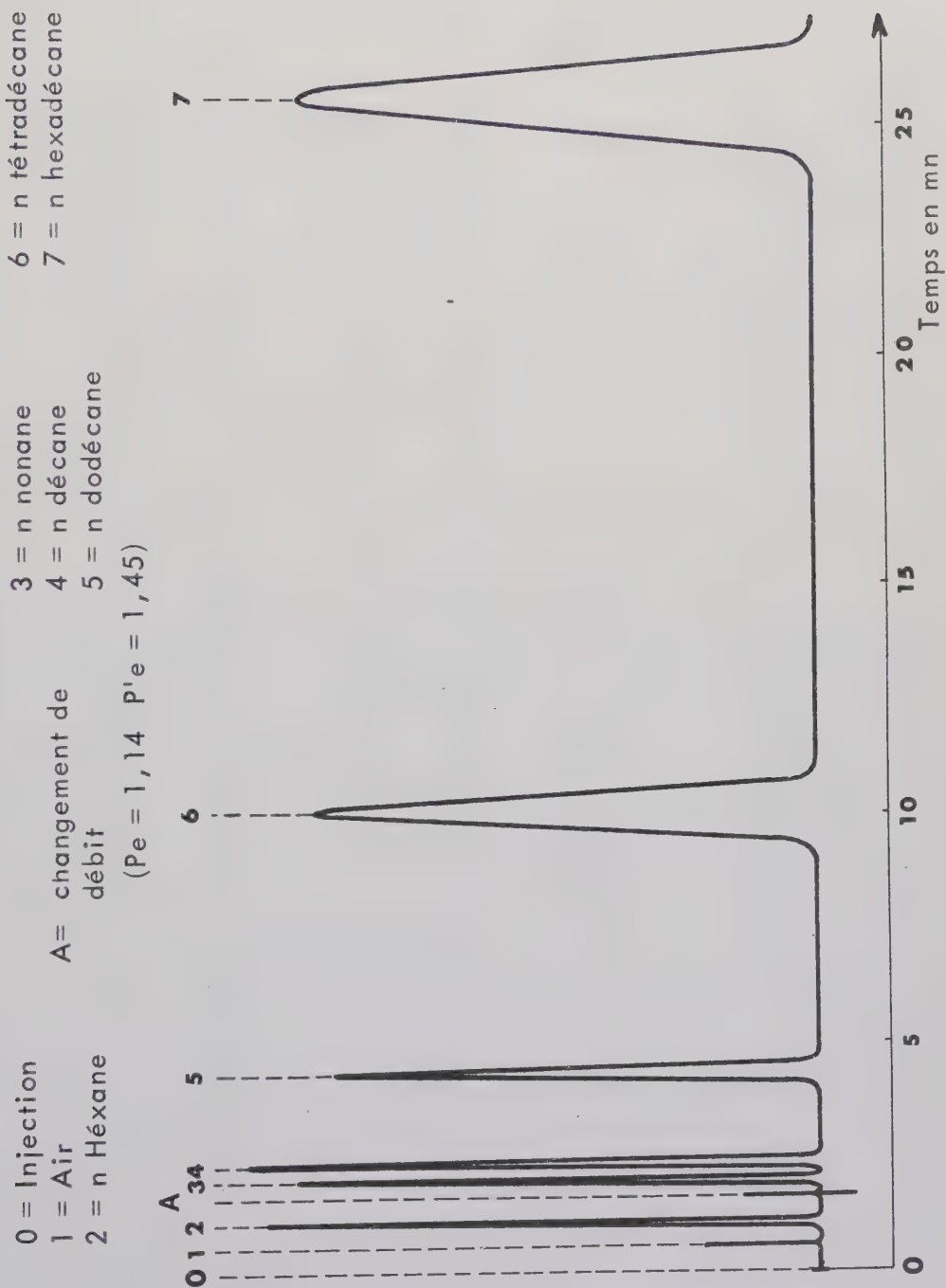


Figure 65

Shéma de la colonne durant la chromatographie avec backflushing

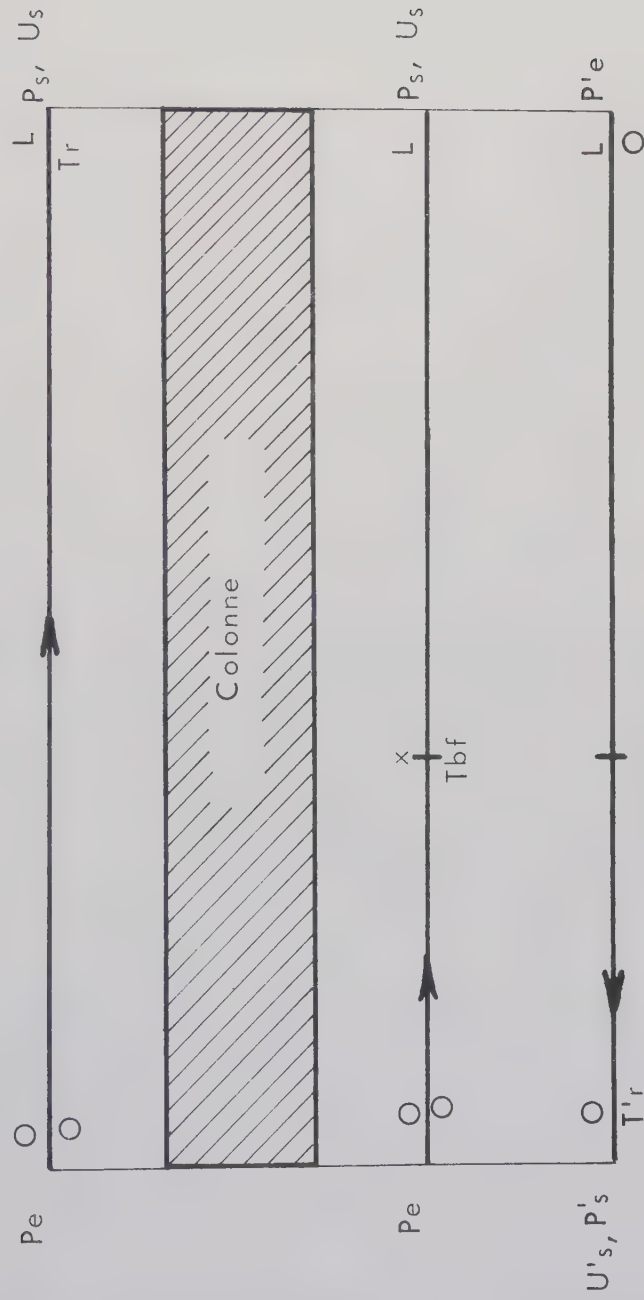


Figure 66

Chromatographie avec backflushing $\frac{T'_r}{T_r} = f \left(\frac{T_{bf}}{T_r} \right)$
 avec $P_e = P'_e$

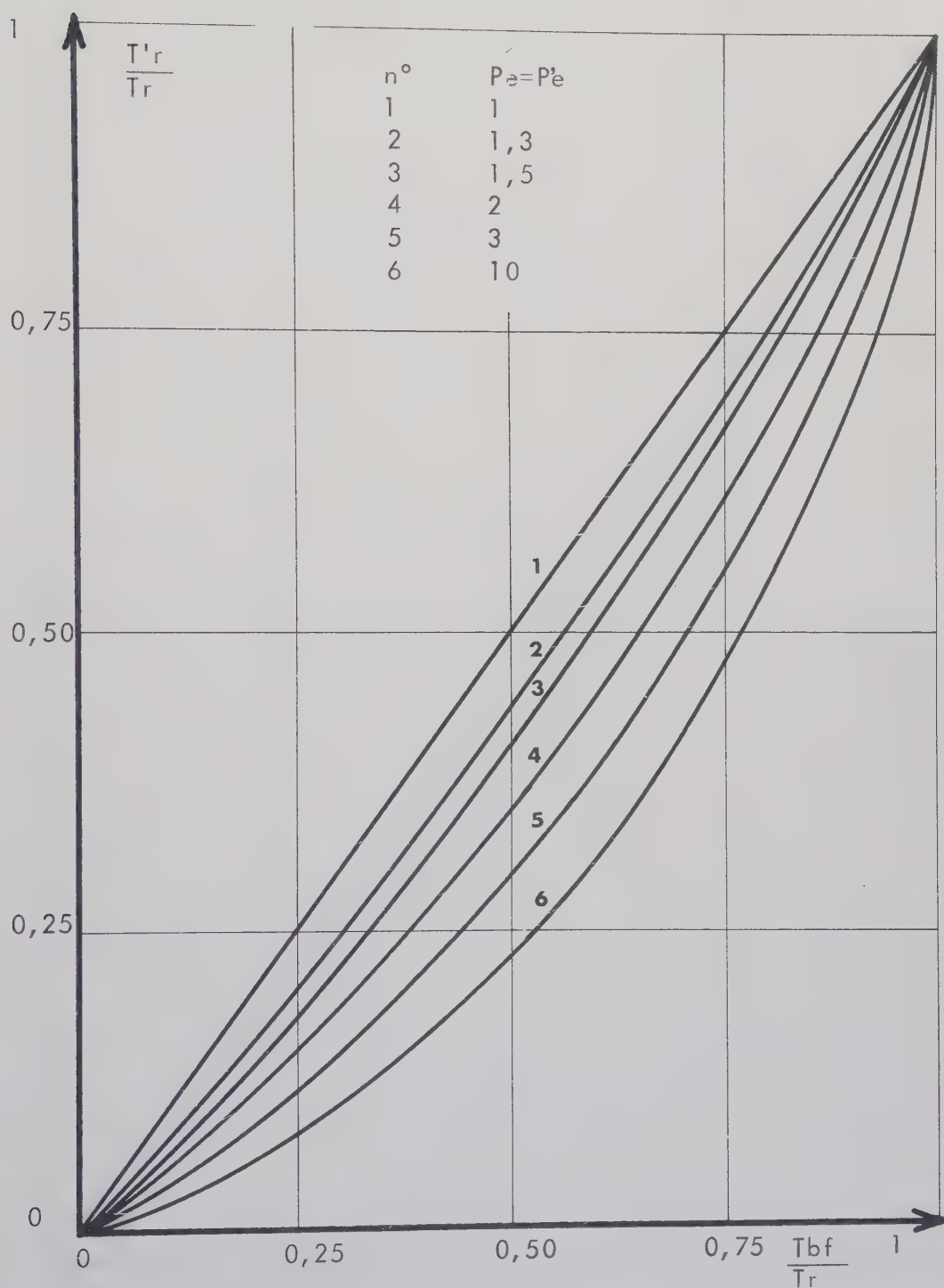


Figure 67

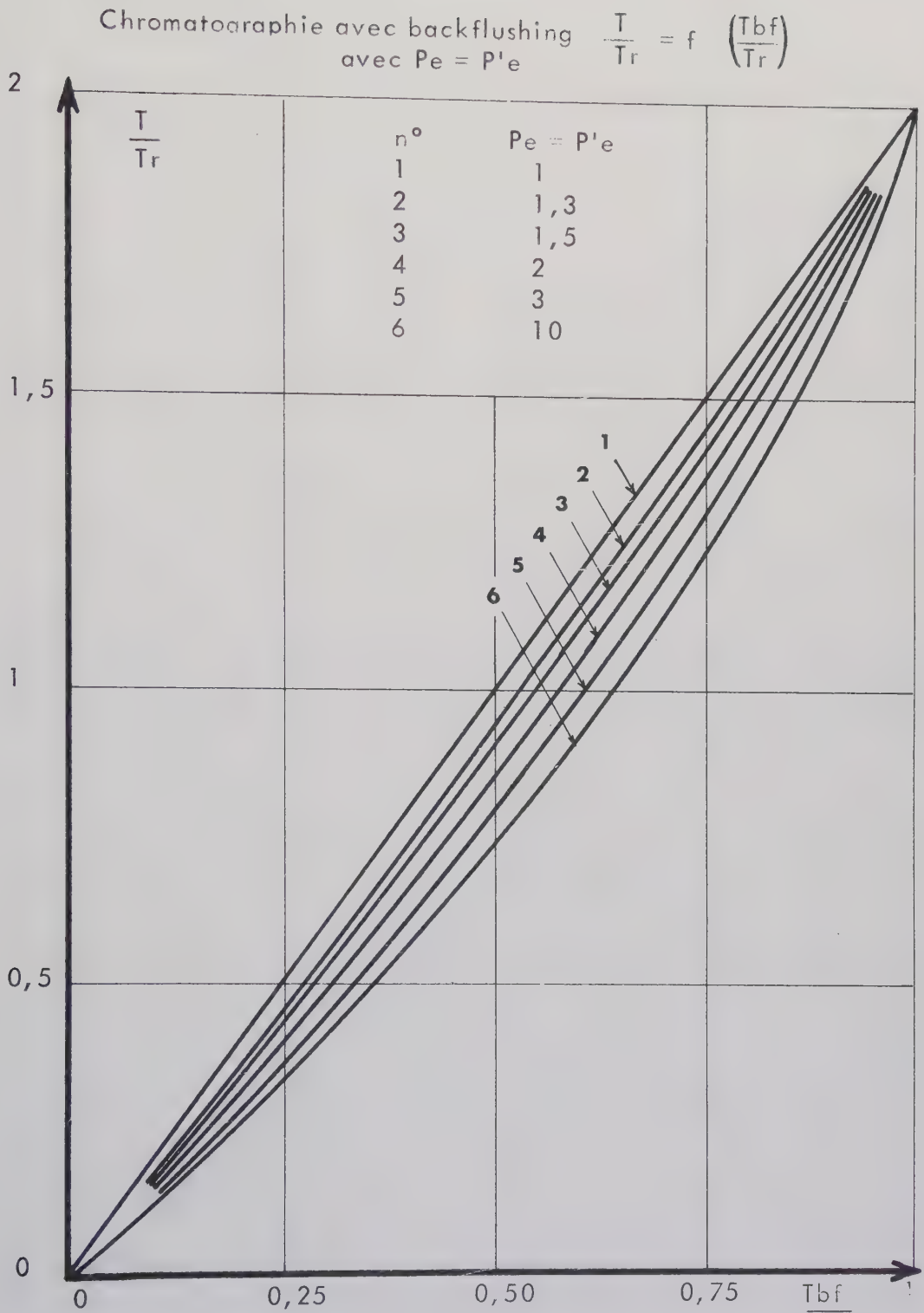


Figure 68

Chromatographie avec backflushing . Variation de $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$ $P_e = P'_e$

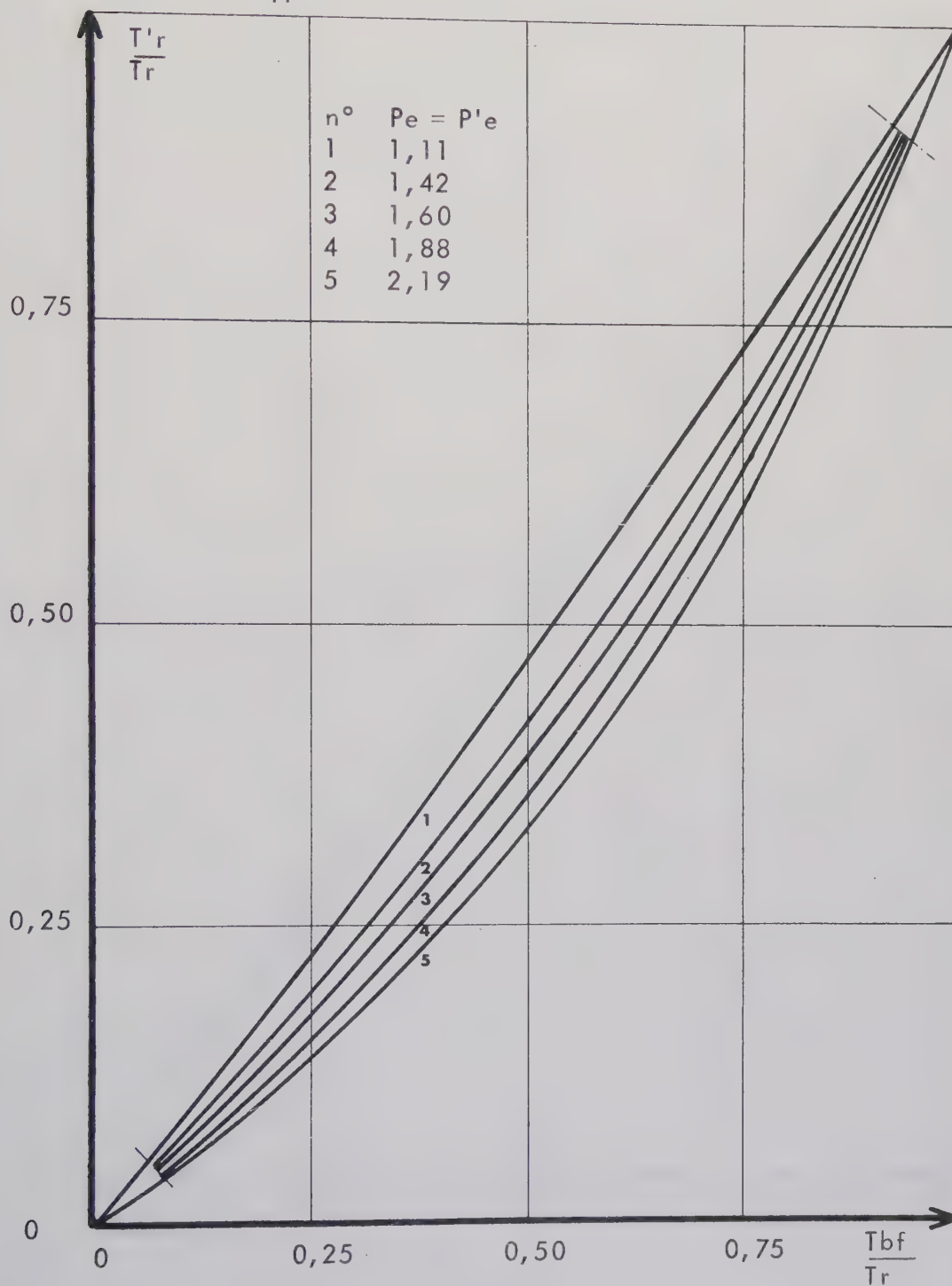


Figure 69

Chromatographie avec backflushing
avec $Pe = P'e$ $\frac{T}{T_r} = f\left(\frac{T_{bf}}{T_r}\right)$

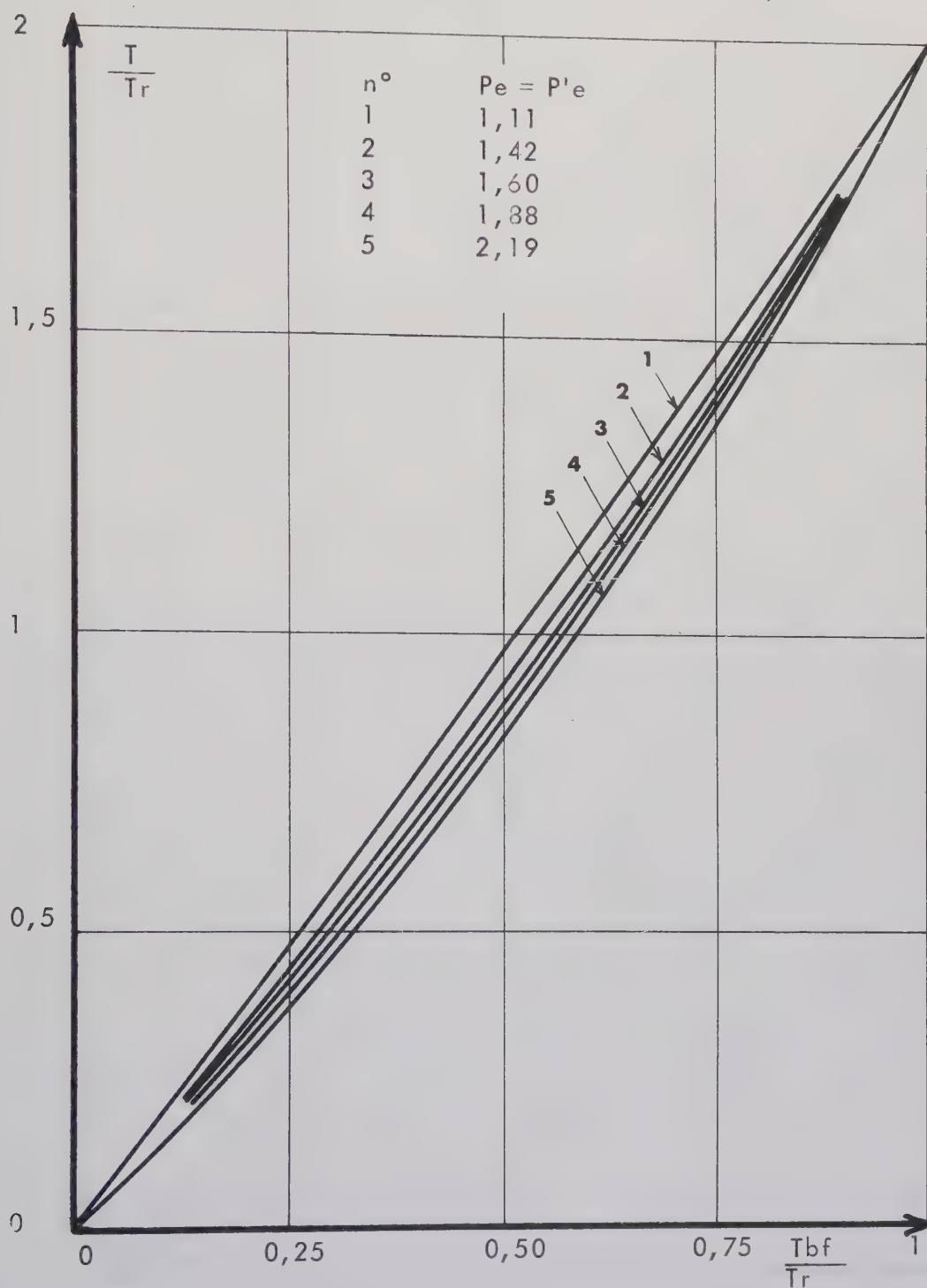


Figure 70

Chromatographie avec backflushing . Variation de $\frac{T'r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$ $P_e = 1,42$ atm.

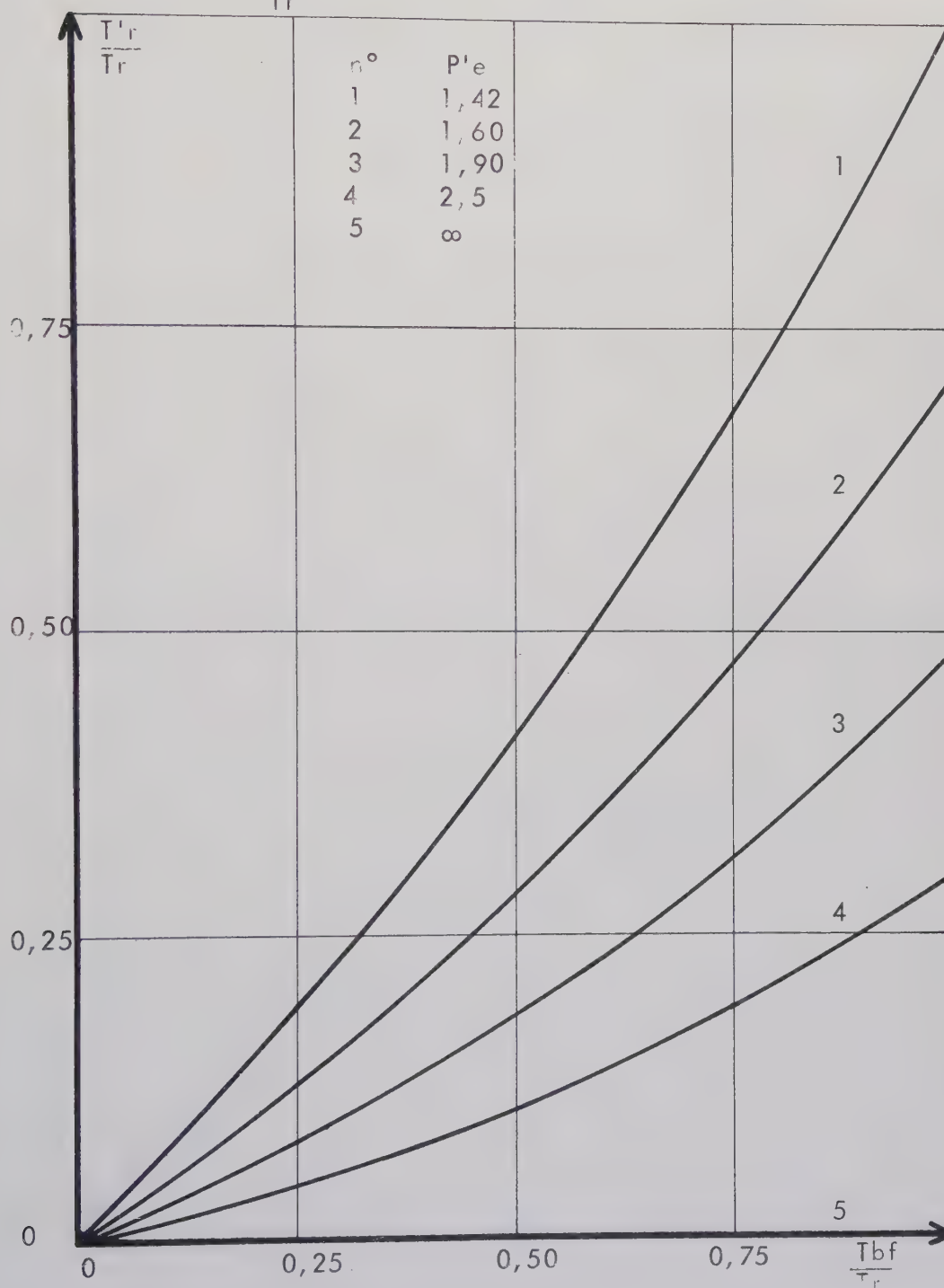


Figure 71

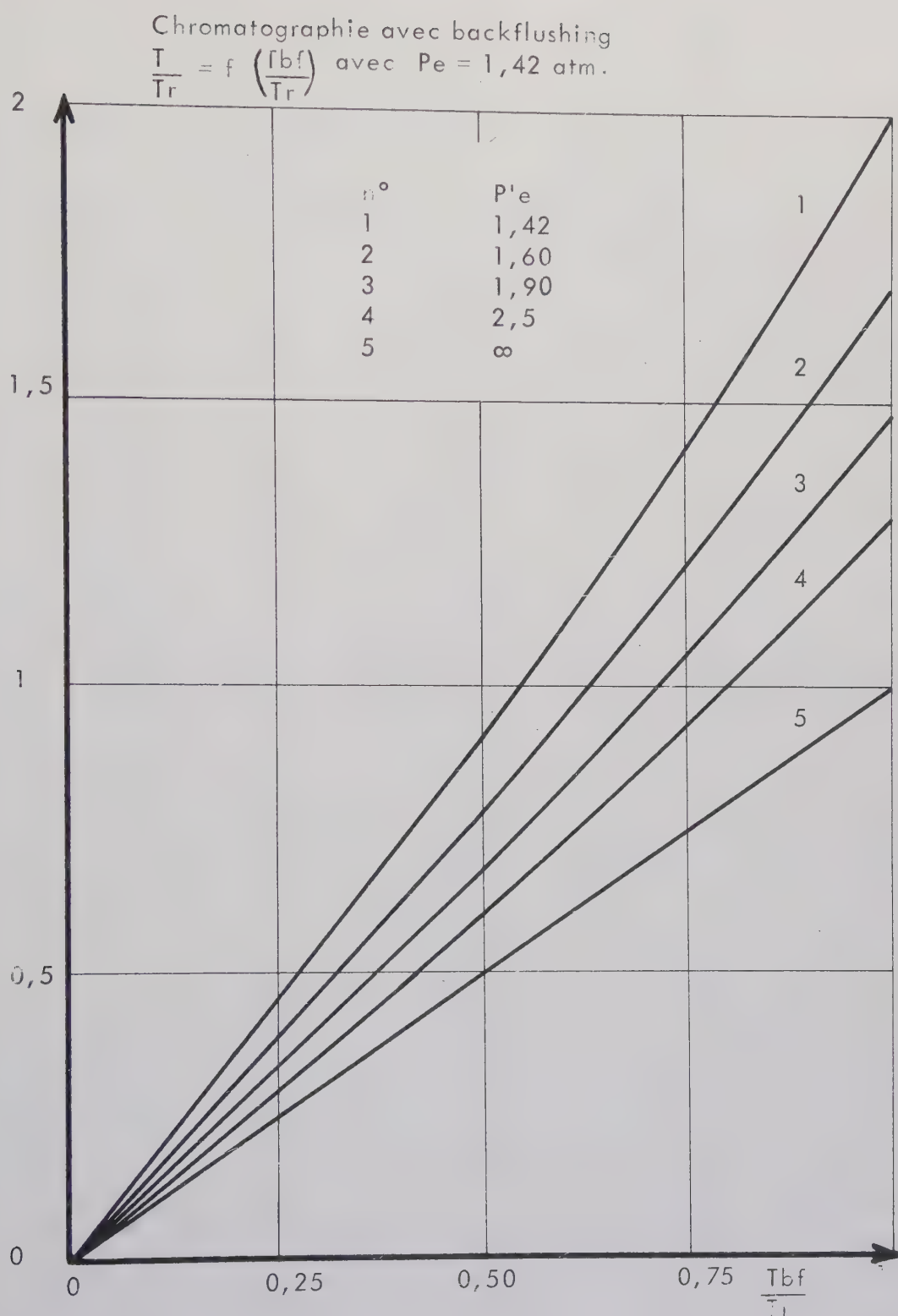
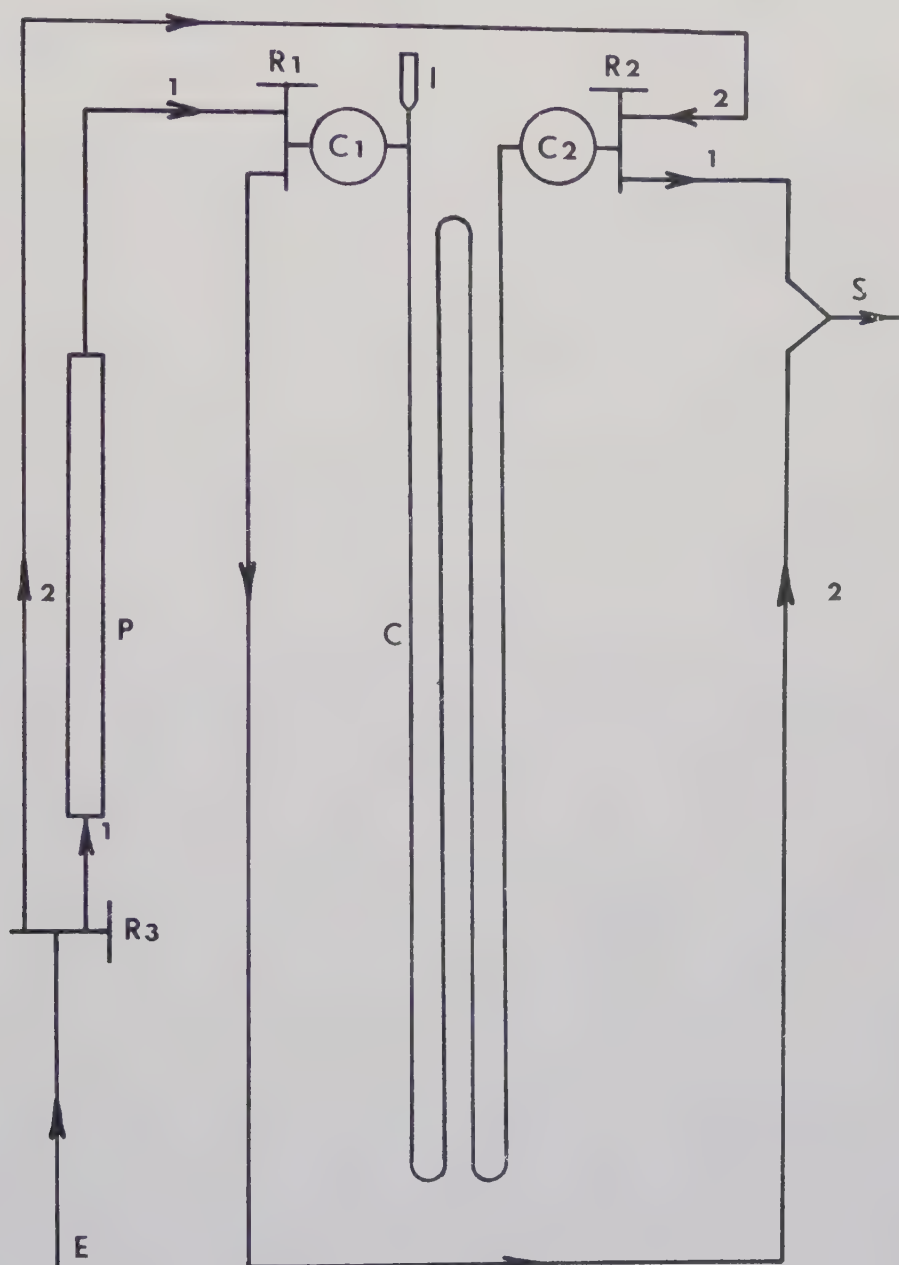


Figure 72

Schéma de l'appareillage pour la chromatographie
avec backflushing



1 = sens direct du gaz vecteur 2 = sens inverse du gaz vecteur
 C₁ - C₂ : détecteurs ; I : injecteur ; C = colonne;
 E et S = entrée et sortie du gaz vecteur,
 R₁, R₂, R₃ : robinets à 2 voies parallèles
 P : perte de charge

Figure 73

Chromatographe avec backflushing et un détecteur à ionisation de flamme.

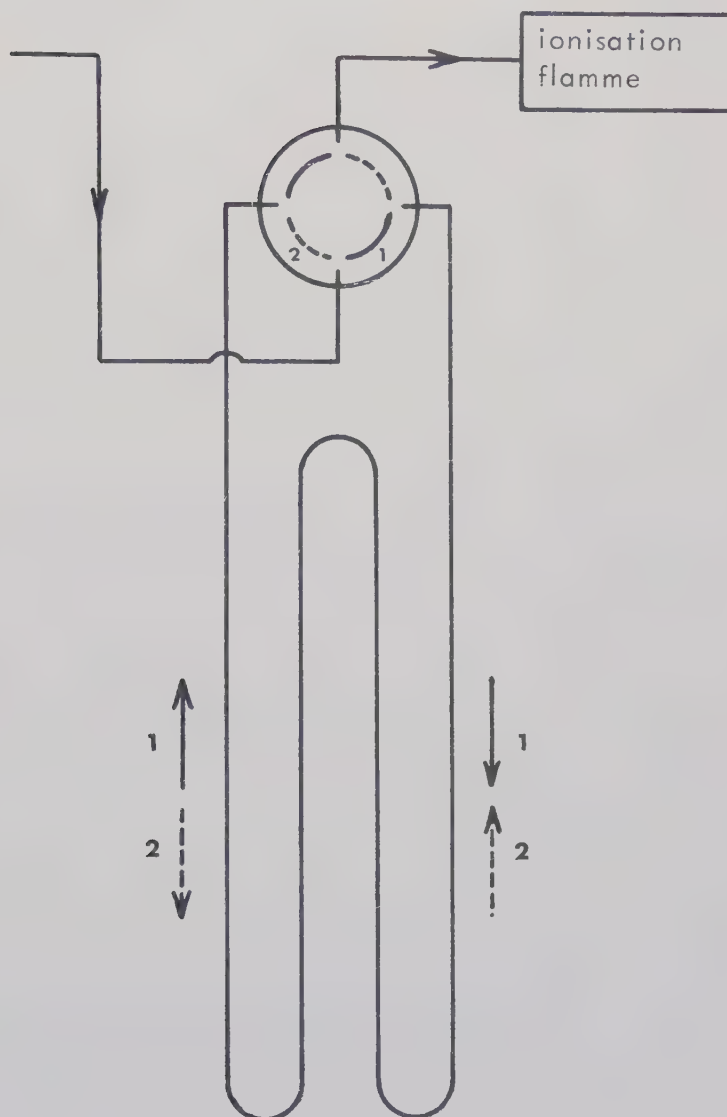


Figure 74

Chromatographie classique d'un mélange d'alcane

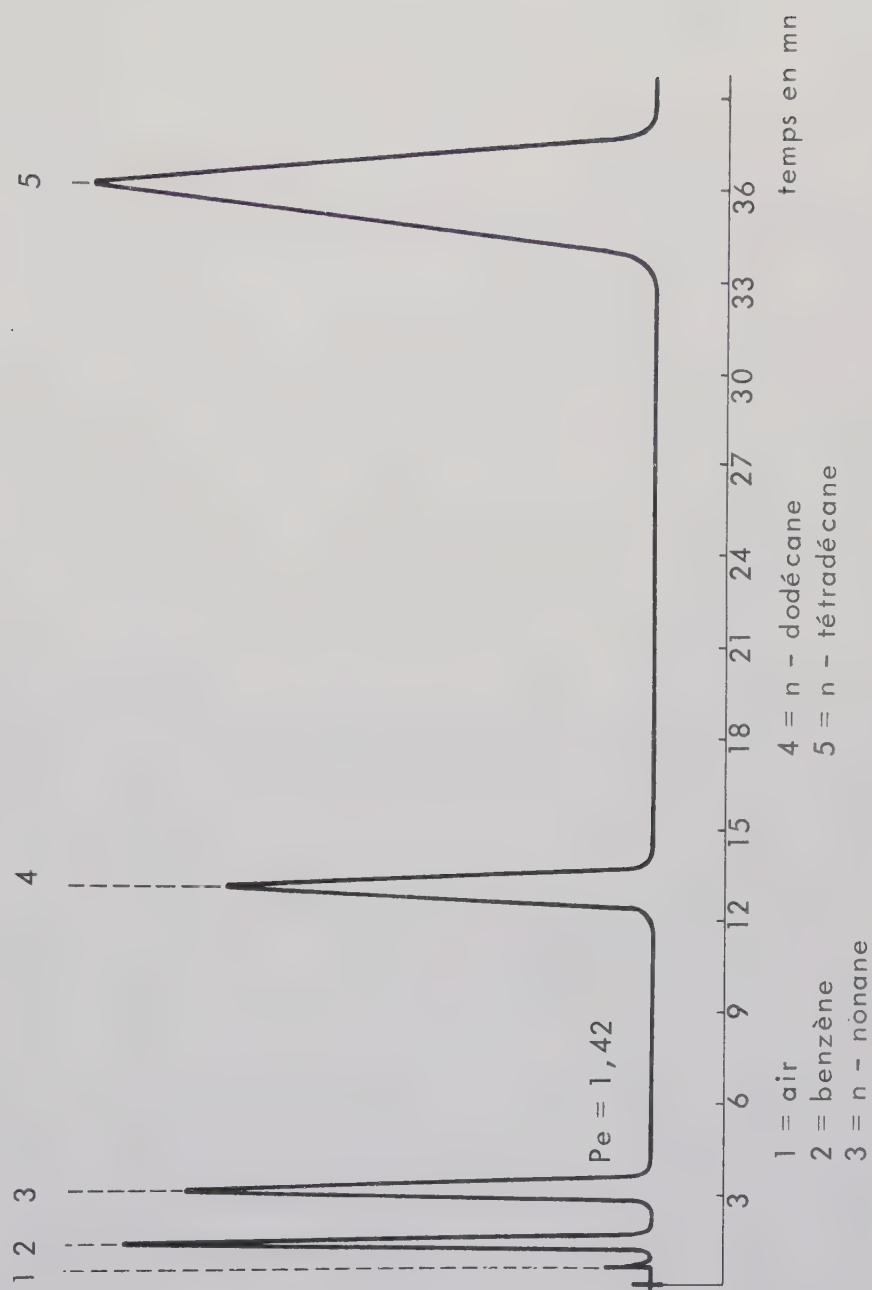


Figure 75

Chromatographie avec inversion d'un mélange d'alcanes

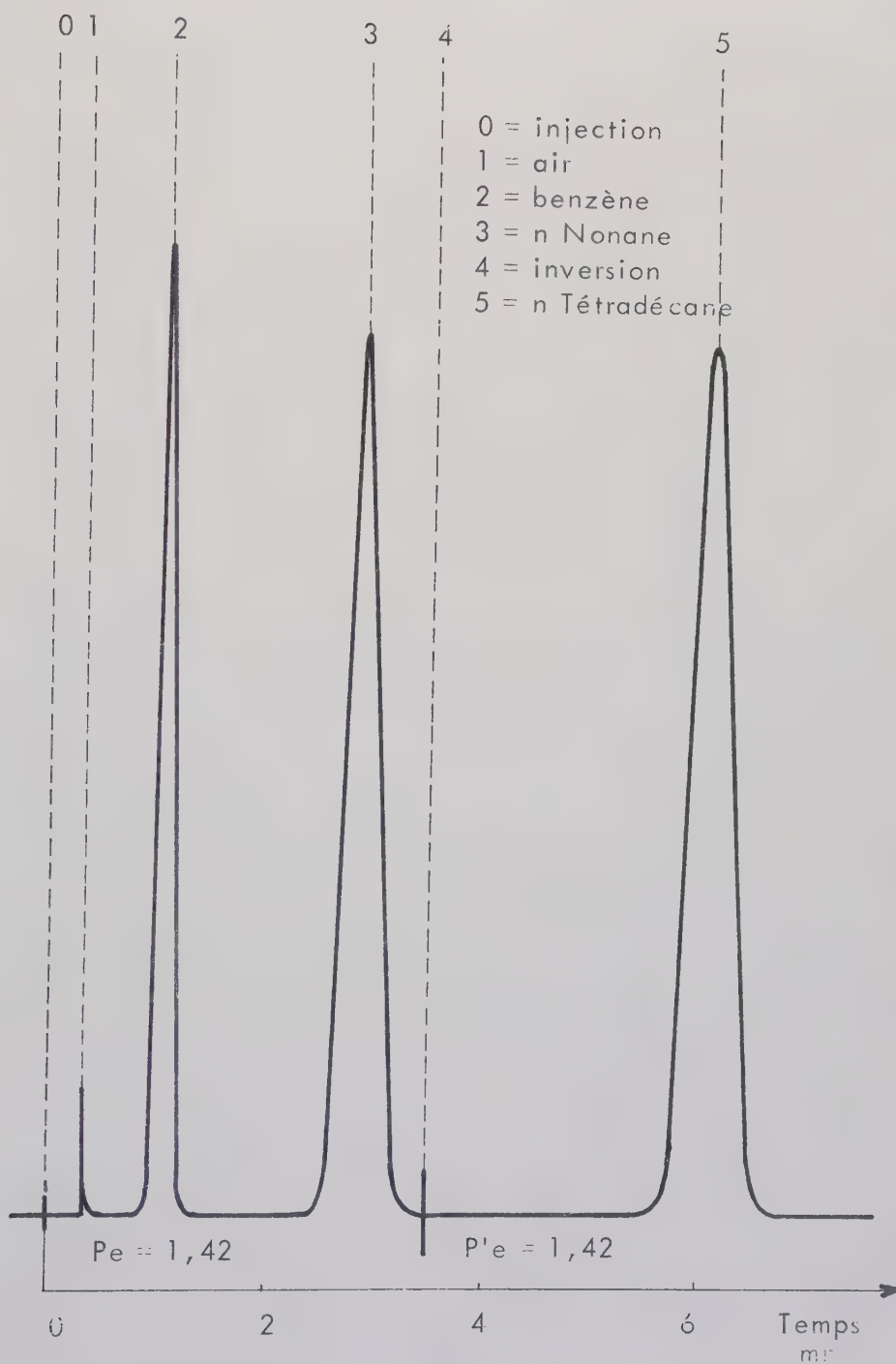


Figure 76

Chromatographie avec inversion d'un mélange d'alcane

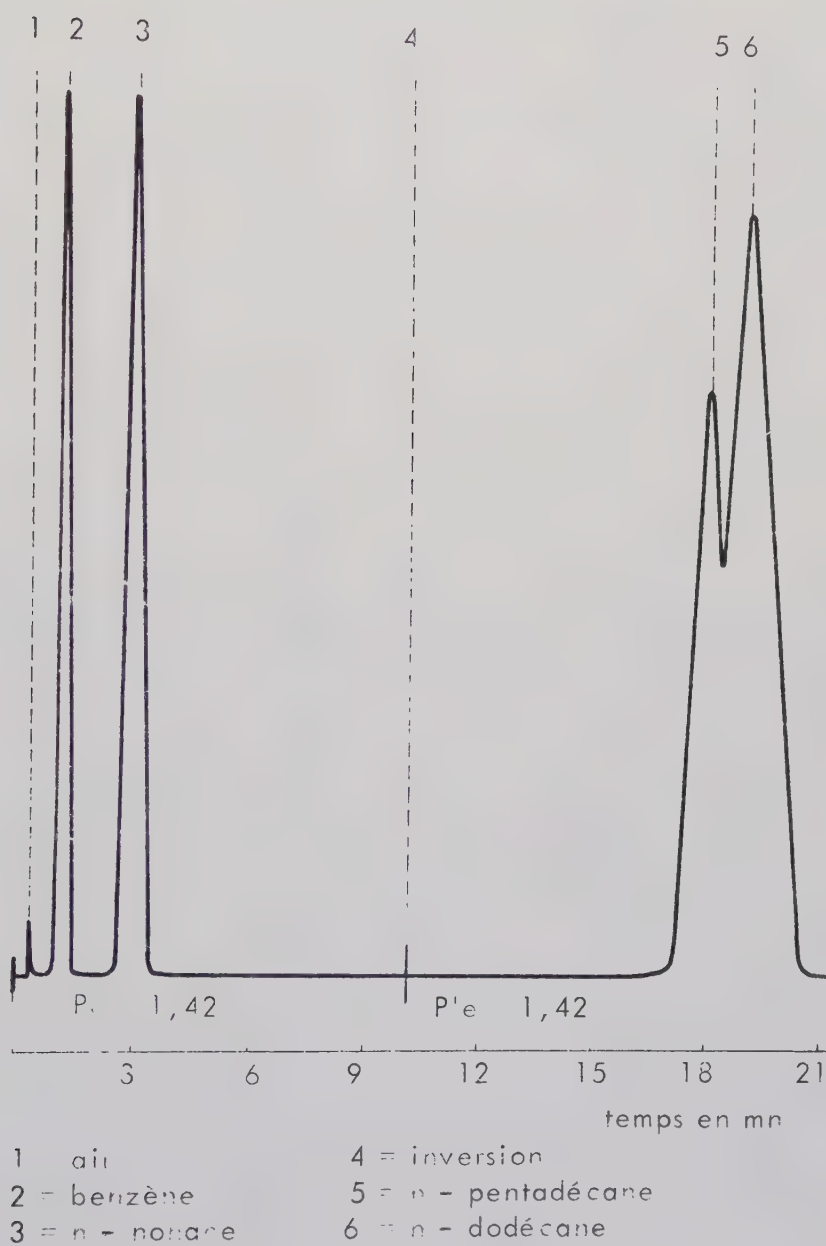


Figure 77

Chromatographie avec inversion du mélange air et n - décane

0 = Injection	+ 71°C
1 = Oxygène	Colonne 1 : 0,50 m
2 = Azote	Célite + G.S.
3 = Inversion	Colonne 2 : 1,50 m
4 = n - décane	T.M. 5 A

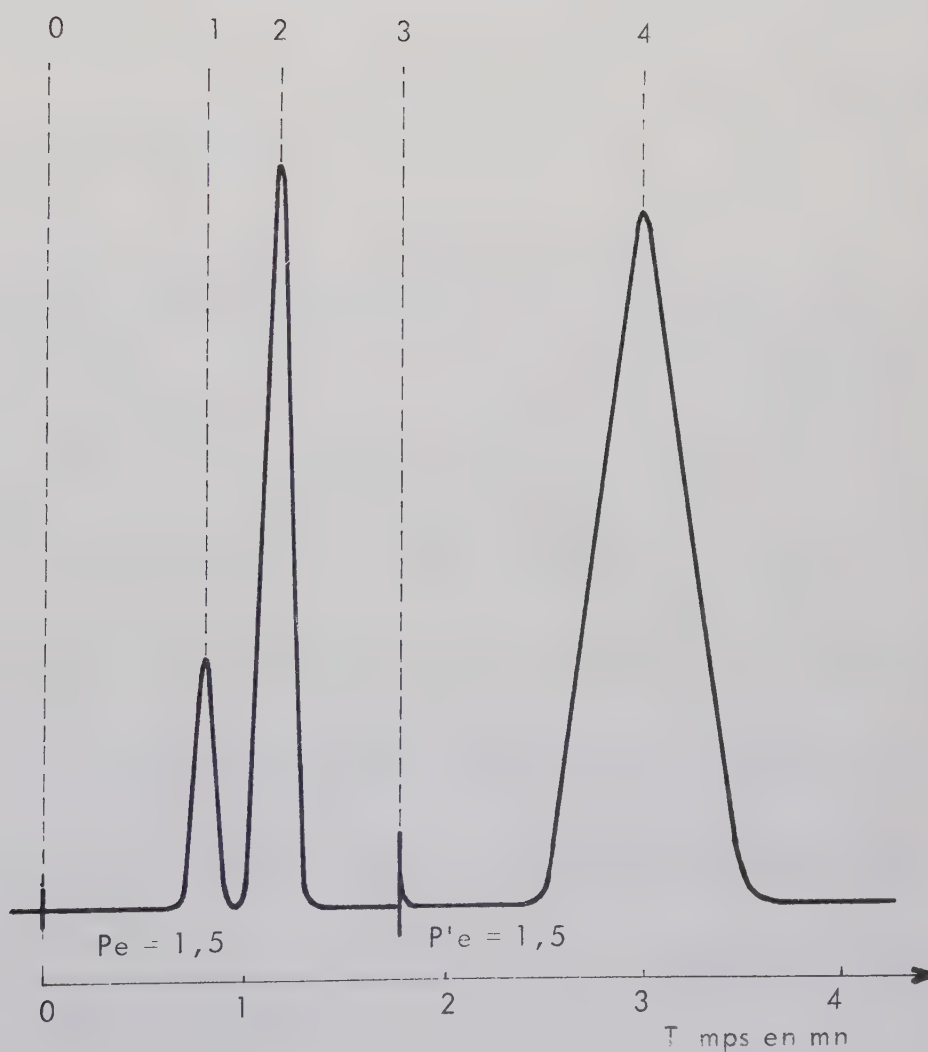


Figure 78

TABLE DES FIGURES

- Fig. 1 - Description du four haute température.
- Fig. 2 - Description de la colonne en chromatographie classique.
- Fig. 3 - Description des détecteurs : catharomètres.
- Fig. 4 - Thermogrammes des phases stationnaires.
- Fig. 5 - Chromatogramme des polyphényles avec température programmée.
- Fig. 6 - Formules développées des polyphényles.
- Fig. 7 - Chromatogramme des polyphényles.
- Fig. 8 - Chromatogramme des xylènes.
- Fig. 9 - Chromatogramme des 3 triphényles (μ billes de verre) 0 % bentone.
- Fig.10 - Variation du temps de rétention des triphényles avec la concentration en bentone 34.
- Fig.11 - Chromatogramme des 3 triphényles sur billes de verre contenant 0,02 % de bentone.
- Fig.12 - Chromatogramme des 3 triphényles sur billes de verre contenant 0,04 % de bentone.
- Fig.13 - Chromatogramme du chlore et de l'acide chlorhydrique sur méta-xylène à - 30°C.
- Fig.14 - Chromatogramme du propane et du butane sur méta-xylène à - 30°C.
- Fig.15 - Variation de $\text{Log}_e V$ en fonction de $1/T$. Phase stationnaire : élastomère E 301.

Fig. 16 - Variation de $\text{Log}_e V$ en fonction de $1/T$. Phase stationnaire : toluène.

Fig. 17 - Variation de $\text{Log}_e V$ en fonction de $1/T$. Phase stationnaire : méta-xylène.

Fig. 18 - Chromatogramme d'un constituant.

Fig. 19 - Influence de la nature des isothermes de distribution sur la forme des pics.

Fig. 20 - Chromatographie idéale linéaire.

Fig. 21 - Chromatographie idéale non-linéaire.

Fig. 22 - Chromatographie non-idéale linéaire.

Fig. 23 - Chromatographie non-idéale non-linéaire.

Fig. 24 - Plateaux successifs d'une colonne de chromatographie de partition.

Fig. 25 - Variation de la concentration en soluté de la phase gazeuse en fonction du volume v pour différentes valeurs de p (distribution de Poisson).

Fig. 26 - Séparation de 2 solutés en chromatographie idéale linéaire.

Fig. 27 - Séparation de 2 solutés en chromatographie non-idéale linéaire.

Fig. 28 - Relation entre le nombre de plateaux, le facteur de séparation et le degré de séparation.

Fig. 29 - Transfert de masse entre la phase gazeuse et la phase liquide.

Fig. 30 - Représentation du phénomène de transport du soluté dans une colonne.

Fig. 31 - Variation de HEPT avec la vitesse linéaire du gaz vecteur.

Fig. 32 - Variation de HEPT avec l'inverse de la vitesse linéaire du gaz vecteur.

Fig. 33 - Variation de la pression et de la vitesse du gaz vecteur dans une colonne.

- Fig. 34 - Variation de la pression du gaz vecteur dans une colonne.
- Fig. 35 - Variation de la pression relative du gaz vecteur dans une colonne.
- Fig. 36 - Variation de la vitesse du gaz vecteur dans une colonne.
- Fig. 37 - Variation de la vitesse du gaz vecteur dans une colonne.
- Fig. 38 - Variation des coefficients M et N avec $\frac{P_e}{P_s}$ de l'équation généralisée $(\overline{HEPT}) = A + \frac{B \cdot M}{U_s} + C \cdot N \cdot U_s$.
- Fig. 39 - Variation de $(\overline{HEPT})$ moyenne avec la vitesse linéaire du gaz vecteur.
- Fig. 40 - Variation de $(\overline{HEPT})$ avec la vitesse linéaire de 2 gaz vecteurs : hydrogène et azote.
- Fig. 41 - Variation du volume d'azote liquide adsorbé en fonction de la pression relative.
- Fig. 42 - Répartition granulométrique du chromosorb P 30-60 mesh.
- Fig. 43 - Répartition granulométrique du chromosorb P 60-80 mesh.
- Fig. 44 - Répartition granulométrique du chromosorb P 80-100 mesh.
- Fig. 45 - Variation de la perméabilité avec le carré du diamètre des grains.
- Fig. 46 - Variation de HEPT en fonction de la quantité injectée.
Hydrocarbure : n-Hexane - 80 cm³/min.
- Fig. 47 - Variation de HEPT en fonction de la quantité injectée.
Hydrocarbures : n-Nonane, n-Décane, n-Dodécane- 80 cm³/min.
- Fig. 48 - Variation de HEPT en fonction du débit de gaz vecteur.
- Fig. 49 - Variation de HEPT en fonction de la nature du soluté.
- Fig. 50 - Isothermes d'adsorption de l'azote pour 4 phases stationnaires.
- Fig. 51 - Variation de HEPT avec la vitesse du gaz. Phase stationnaire: 5 %.
- Fig. 52 - Variation de HEPT avec la vitesse du gaz. Phase stationnaire: 15 %.
- Fig. 53 - Variation de HEPT avec la vitesse du gaz. Phase stationnaire: 20 %.

Fig. 54 - Variation de HEPT avec la vitesse du gaz. Phase stationnaire : 25 %.

Fig. 55 - Schéma de la colonne durant la chromatographie avec variation de débit.

Fig. 56 - Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $Pe = 1,095$.

Fig. 57 - Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $Pe = 1,095$.

Fig. 58 - Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $Pe = 1,14$.

Fig. 59 - Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $Pe = 1,14$.

Fig. 60 - Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $Pe = 2$.

Fig. 61 - Chromatographie avec variation de débit. Rapport des temps $\frac{T}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{ch}}{T_r}$ correspondant à $Pe = 2$.

Fig. 62 - Description de l'appareillage nécessaire pour la chromatographie avec changement de débit.

Fig. 63 - Chromatographie avec variation de débit des polyphényles.

Fig. 64 - Chromatographie classique des alcanes.

Fig. 65 - Chromatographie avec variation de débit des alcanes.

Fig. 66 - Schéma de la colonne durant la chromatographie avec backflushing .

Fig. 67 - Chromatographie avec backflushing . Variation de $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$. $Pe = P'e$.

Fig. 68 - Chromatographie avec backflushing. Variation de $\frac{T}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$. $P_e = P'_e$.

Fig. 69 - Chromatographie avec backflushing. Variation de $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$. $P_e = P'_e$.

Fig. 70 - Chromatographie avec backflushing. Variation de $\frac{T}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$.

Fig. 71 - Chromatographie avec backflushing. Variation de $\frac{T'_r}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$. $P'_e \neq P_e$.

Fig. 72 - Chromatographie avec backflushing. Variation de $\frac{T}{T_r}$ en fonction de $\frac{T_{bf}}{T_r}$. $P'_e \neq P_e$.

Fig. 73 - Schéma de l'appareillage pour la chromatographie avec backflushing.

Fig. 74 - Chromatographe avec backflushing et un détecteur à ionisation de flamme.

Fig. 75 - Chromatographie classique d'un mélange d'alcanes.

Fig. 76 - Chromatographie avec inversion d'un mélange d'alcanes.

Fig. 77 - Chromatographie avec inversion d'un mélange d'alcanes.

Fig. 78 - Chromatographie avec inversion du mélange air et n-décane.
